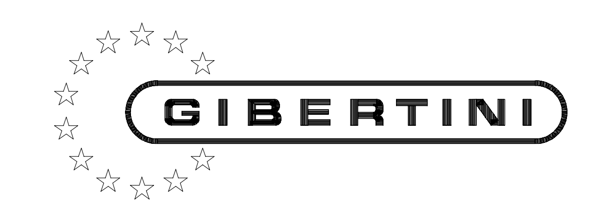
ISTRUZIONI D'USO US
ER MANUAL MODE D'E
MPLOI ISTRUZIONI D'
USO USER MANUAL M
ODE D'EMPLOI ISTRU
ZIONI D'USO USER MA
NUAL MODE D'EMPLOI
ISTRUZIONI D'USO US
ER MANUAL MODE D'E



ISTRUZIONI D'USO
USER MANUAL
MODE D'EMPLOI

MPLOI ISTRUZIONI D'U
SO USER MANUAL MO
DE D'EMPLOI ISTRUZI
ONI D'USO USER MAN
UAL MODE D'EMPLOI
ISTRUZIONI D'USO US
ER MANUAL MODE D'E
MPLOI ISTRUZIONI D'U
SO USER MANUAL MO
DE D'EMPLOI ISTRUZI
ONI D'USO USER MAN
UAL MODE D'EMPLOI
ISTRUZIONI D'USO US
ER MANUAL MODE D'E
MPLOI ISTRUZIONI D'
USO USER MANUAL M
ODE D'EMPLOI ISTRU
ZIONI D'USO USER MA
NUAL MODE D'EMPLOI
ISTRUZIONI D'USO US
ER MANUAL MODE D'E
MPLOI ISTRUZIONI D'U

Distillatore
Distillation unit
Distillateur

DEE PV

Generatore di vapore
Steam generator
Générateur de vapeur

VADE-4

60.50.600 Ed. 7 – 11/2010

INDICE

Tutte le informazioni riportate in questo manuale sono quelle disponibili al momento della stampa.
Il costruttore si riserva il diritto di apportare modifiche al prodotto in qualsiasi momento senza preavviso.
Si consiglia di verificare eventuali aggiornamenti.

1. AVVERTENZE IMPORTANTI

N.B. - QUESTE "AVVERTENZE" SONO PARTE INTEGRANTE DELLO STRUMENTO.

TUTTI I NOSTRI PRODOTTI SONO DESTINATI AD ESCLUSIVO USO SCIENTIFICO E/O PER CONTROLLO INTERNO DI FABBRICA. NE È VIETATO L'UTILIZZO PER OPERAZIONI DI COMPRAVENDITA.
QUESTO STRUMENTO NON DEVE ESSERE UTILIZZATO IN AMBIENTI CON RISCHIO D'ESPLOSIONE.
TUTTI I NOSTRI STRUMENTI SONO CONFORMI ALLE NORMATIVE INTERNAZIONALI EMC-EMI-RFI SECONDO LA DIRETTIVA CEE 2004/108 SULLA COMPATIBILITÀ ELETTROMAGNETICA.

Per ottenere il corretto funzionamento dello strumento è indispensabile agire come segue:

1- Seguire attentamente le istruzioni tecniche riportate nelle istruzioni d'uso, sia per quanto concerne l'installazione che le operazioni di misurazione. Una non perfetta esecuzione delle istruzioni può compromettere l'esattezza dei risultati. In caso di dubbio, consultare i nostri tecnici.
2- Adottate tutte le precauzioni necessarie per l'installazione e l'impiego di qualsiasi strumento elettrico sotto tensione. In particolare:
   - ove previsto, provvedere lo strumento di un idoneo sistema di presa a terra;
   - non installare in ambienti che presentino rischi di incendio, sia per la loro struttura, che per la presenza di vapori o gas infiammabili;
   - non toccare con mani bagnate;
   - staccare la corrente prima di aprire qualsiasi parte dello strumento.
3- Installare lo strumento su un robusto supporto, senza vibrazioni, lontano da eccessive ventilazioni e da fonti di calore o di freddo intenso. Far controllare lo strumento da personale qualificato, sia dopo la prima installazione che in caso di modifiche di ubicazione.
4- Lo strumento non deve essere collegato alla stessa linea elettrica che alimenta apparecchiature con grande assorbimento di potenza e/o funzionamento intermittente onde evitare cadute di tensione che possono compromettere la precisione e stabilità dei risultati.
5- Far controllare ogni 6 mesi il funzionamento e la taratura dello strumento, comprese le eventuali masse interne, da personale esperto e qualificato.
6- Controllare la taratura dello strumento all'inizio delle operazioni, e comunque almeno una volta al giorno con mezzi di riferimento idonei, possibilmente certificati. I mezzi di riferimento vanno controllati mensilmente.
7- Controllare il corretto azzeramento dello strumento prima di ogni operazione.
8- In caso di dubbi sul corretto funzionamento dello strumento, chiamare immediatamente un tecnico qualificato. Evitare interventi impropri di personale non esperto.
9- Se lo strumento viene impiegato per la pesatura o l'analisi di sostanze alimentari o prodotti destinati a venire a contatto con gli alimenti, non utilizzarlo per l'esame di sostanze diverse che possono dar luogo a contaminazione degli alimenti.
10- Se lo strumento viene impiegato per la pesatura o l'analisi di sostanze chimiche o similari, pulire molto bene prima di porvi altri prodotti, onde evitare reazioni pericolose.
11- Evitare in ogni caso che rimangano residui di sostanze sullo strumento; sia per garantire la validità dei risultati delle operazioni successive, sia per non danneggiare lo strumento stesso.
12- Qualsiasi manomissione dello strumento o parte accessoria fa decadere la responsabilità civile della Gibertini Elettronica s.r.l.

AVVERTENZE PER PESATURE O ANALISI CHE RICHIEDONO PARTICOLARE PRECISIONE

Gli strumenti Gibertini sono particolarmente precisi e affidabili. Tuttavia è sempre possibile che condizioni ambientali, errori di installazione o di uso diano luogo ad una diminuzione del grado di precisione. Pertanto, in caso si debba procedere a misurazioni per cui è indispensabile la massima precisione (ad esempio dosature chimiche o farmaceutiche), si consiglia di:

- impiegare strumenti appena verificati o comunque di recente fabbricazione (non superiore a 3 anni)
- controllare la taratura dello strumento prima di ogni operazione
- effettuare la misurazione almeno due volte
- in caso di possibili conseguenze gravi di un eventuale errore, installare un secondo strumento ed effettuare la misurazione su entrambi gli strumenti o dotarsi di mezzi di riferimento certificati da istituti riconosciuti.

2. CARATTERISTICHE GENERALI

2.1 Descrizione

Si tratta di un distillatore automatico per vini, bevande spiritose e birre, per la determinazione del titolo alcolometrico volumico e, abbinato con il generatore di vapore VADE-4, dell'acidità volatile.
Il campione da analizzare (100 o 200 ml per il titolo alcolometrico volumico, 20 ml per l'acidità volatile) viene introdotto nell'ampolla di distillazione insieme ai reattivi opportuni.
Il distillato viene raccolto in un matraccio tarato, posizionato sul braccio di una bilancia, che arresta la distillazione quando viene raggiunta la quantità prestabilita.
Per l'acidità volatile, il distillato viene raccolto in una beuta da 300 ml.
Il distillatore DEE può essere utilizzato per la determinazione di altri parametri analitici dei vini (per esempio acido sorbico, anidride solforosa totale). Per ulteriori informazioni si rimanda al libro Gibertini "Metodi di analisi dei vini e delle bevande spiritose" – Edizione corrente.
Il distillatore DEE è dotato di un dispositivo ecologico per la riduzione del consumo dell'acqua di refrigerazione: il passaggio dell'acqua nel refrigerante avviene unicamente durante la distillazione.
Il DEE ed il VADE-4 sono costruiti secondo le direttive CEE 2006/42 e CEE 85/375 a tutela dell'incolumità degli analisti.
Gli strumenti sono inoltre conformi alla direttiva CEE 2004/108 (compatibilità elettromagnetica).

2.2 Comparazione con i metodi ufficiali

Sia per il titolo alcolometrico volumico che per l'acidità volatile, lo strumento è conforme ai metodi di riferimento OIV, come prescritto dal Regolamento CEE n. 606/2009.

2.2.1 Titolo alcolometrico volumico (TAV)

Per i vini la normativa vigente prevede la possibilità di utilizzare qualunque modello di apparecchio di distillazione o di estrazione in corrente di vapore d'acqua a condizione che essi soddisfino il seguente saggio:

- ❖ Distillare 5 volte di seguito una miscela idroalcolica al 10 %vol. Dopo l'ultima distillazione, il distillato deve presentare un titolo alcolometrico volumico di almeno 9,9 %vol, ossia nel corso di ciascuna distillazione non si deve perdere una quantità di alcool superiore a 0,02 %vol.

2.2.2 Acidità volatile

La normativa CEE non prescrive un tipo unico di apparecchio di distillazione, ma afferma che qualunque apparecchio o tecnica che soddisfi ai seguenti 3 requisiti costituisce un apparecchio o tecnica ufficiale internazionale:

1) Il vapore d'acqua prodotto dal generatore deve essere esente da CO_2.
Si distillano 20 ml di acqua raccogliendo 250 ml di distillato, addizionando 0,1 ml di NaOH 0,1 N e 2 gocce di fenolftaleina all'1 % in alcool: il colore deve rimanere rosa stabile per almeno 10 secondi.

2) Il 99,5 % dell'acido acetico contenuto in una soluzione 0,1 M deve ritrovarsi nel distillato.
Si distillano 20 ml di acido acetico 0,1 M. Si raccolgono 250 ml di distillato e si titolano con almeno 19,9 ml di NaOH 0,1 N.

3) Si ritrova nel distillato al massimo lo 0,5 % di una soluzione 1 M di acido lattico.
Si distillano 20 ml di una soluzione 1 M di acido lattico, si raccolgono 250 ml di distillato e si titolano con al massimo 1,0 ml di NaOH 0,1 N.

2.3 Collegamento elettrico del DEE e del VADE-4

Tensione :	220 V -10 % / +15 % , 50 Hz	
Assorbimento :	3300 W max	(DEEPV)
	2600 W	(VADE-4)

Gli strumenti devono essere collegati a due prese separate con fusibile incorporato, dotate di una messa a terra efficace.

2.4 Collegamento idrico del DEE

Pressione minima :	2 bar
Flusso minimo :	5 litri/minuto
Temperatura :	max 20 °C

2.5 Dimensioni e pesi

DEEPV	L280 x P460 x H1000 mm	25 kg
VADE-4	L140 x P405 x H307 mm	10 kg

3. DISIMBALLO

Togliere con cura gli strumenti dal cartone e posizionarli su un supporto. Identificare i contenitori con i reattivi, la vetreria e gli altri accessori.
Verificare visivamente tutti i pezzi ed eventualmente annotare ogni minimo danno: in tal caso avvisare il trasportatore e il rivenditore entro tre giorni.

3.1 Dotazione

3.1.1 Vetreria

3	matracci da 100 con tappo
1	matraccio da 200 con tappo
2	beute da 300 ml con tappo
1	spruzzetta da 500 ml
1	flacone da 100 ml con tappo contagocce
1	pipette in plastica contagocce

3.1.2 Reattivi

acqua distillata

1 x 500 ml	ossido di calcio CaO sospensione al 12%
1 x 250 ml	acido tartarico al 50 %
1 x 100 ml	antischiuma
1 x 500 ml	soluzione per liquori
1 x 500 ml	soluzione lavaggio ugello vapore (soluzione B)

3.1.3 Dotazione per l'installazione

1 tubo per l'arrivo dell'acqua con fascetta stringitubo
1 tubo di scarico dell'acqua con fascetta stringitubo

ATTENZIONE: I matracci sono tarati ed intercambiabili in massa, non in volume.
La loro capacità viene indicata semplicemente con 100 e 200, non un valore in millilitri. Ai fini della determinazione del TAV (Titolo Alcolometrico Volumico) è necessaria la ripetibilità della quantità prelevata prima della distillazione e quella ottenuta come distillato.

3.2 Parti dello strumento

1) Cavo alimentazione
2) Doccia lavaggio ampolla
3) Rubinetto chiusura ampolla
4) Elettrodi
5) Foro per ugello VADE-4
6) Spia scarico ampolla
7) Tappo chiusura ampolla
8) Manopola tappo ampolla
9) Schermo di protezione
10) Tasto START
11) Spia START
12) Spia acqua
13) Spia VOLATILE
14) Tasto VOLATILE
16) Interruttore OFF/ON
18) Ampolla
19) Masse cilindriche
20) Uscita distillato
21) Bilancia

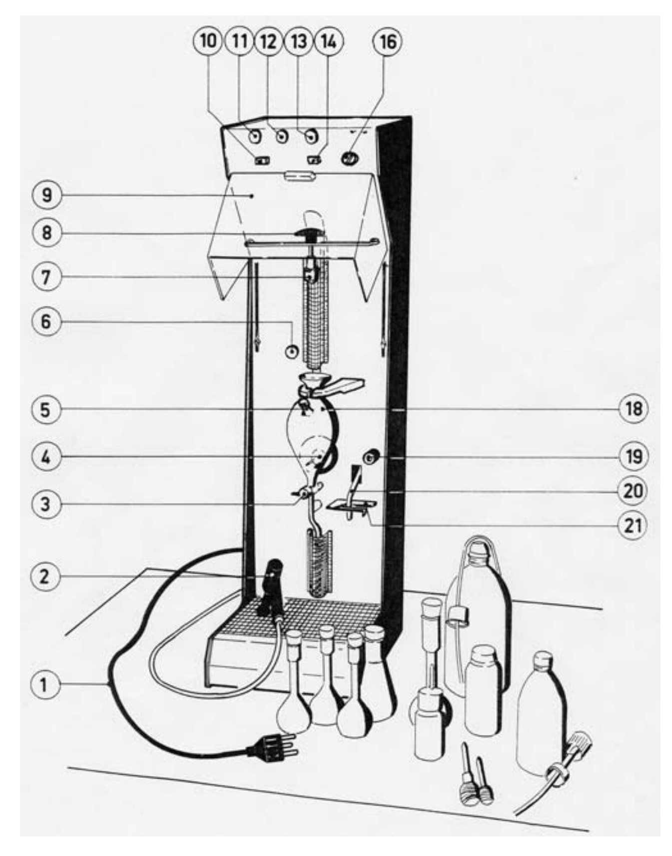


Fig. 1

1) Cavo alimentazione
22) Fissaggio pannello posteriore
23) Pannello posteriore
24) Gruppo flussostato-pressostato
25) Tubo di ingresso acqua
26) Tubo di scarico
27) Connessione VADE-4

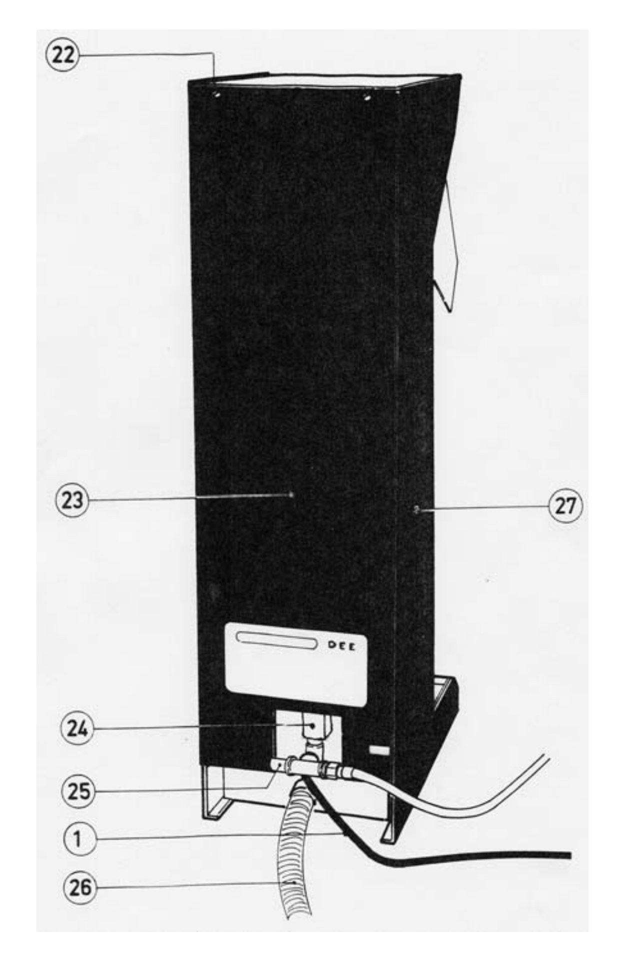


Fig. 2

4. INSTALLAZIONE

Togliere le viti (Fig. 2 - n. 22) del pannello posteriore e rimuovere il pannello stesso. Togliere la spugna di protezione che protegge la vetreria durante il trasporto.
Svitare completamente la vite rossa che blocca la bilancia (Fig. 3) e fissarla abbassando il galletto.

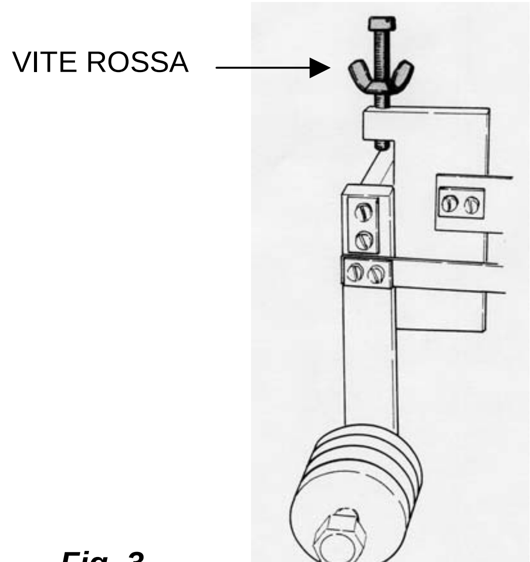


Fig. 3

Fissare il tubo di scarico utilizzando la fascetta stringitubo allo scarico del distillatore (uscita in acciaio inossidabile - Fig. 4).
Fissare il tubo di arrivo dell'acqua in PVC trasparente all'apparecchio utilizzando la fascetta stringitubo (Fig. 4).

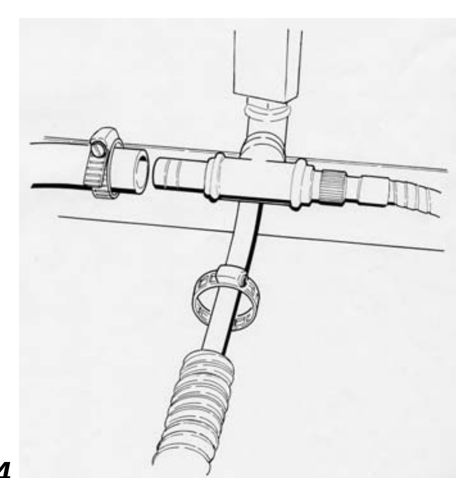


Fig. 4

Rimontare il pannello posteriore e collegare il cavo elettrico a una presa protetta da un fusibile.

Aprire il rubinetto generale dell'acqua. Ruotare l'interruttore OFF/ON sul pannello di controllo (Fig. 5). L'indicatore dell'acqua sul pannello anteriore (Fig. 5) si accende. Attenzione: se l'indicatore luminoso non si accende, la distillazione non può essere avviata.

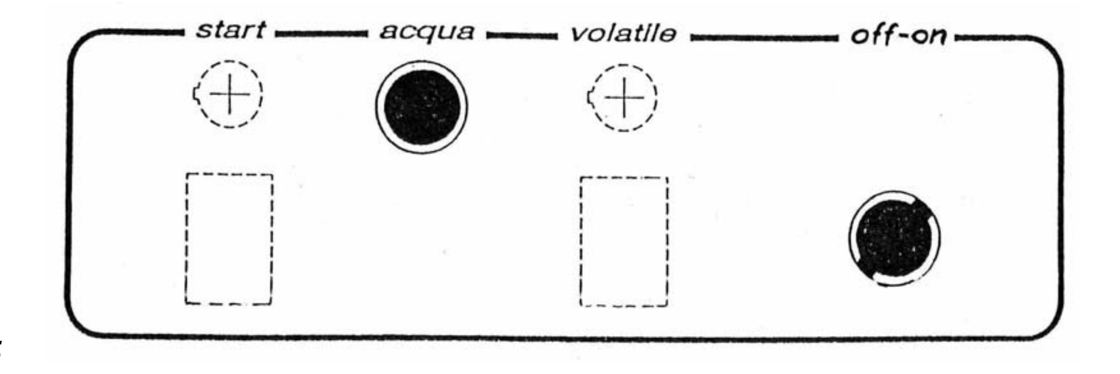


Fig. 5

5. DISTILLAZIONE PER LA DETERMINAZIONE DEL TAV

5.1 Distillazione

Verificare che il rubinetto di scarico dell'ampolla di distillazione sia ben chiuso e in posizione orizzontale: spia spenta (Fig. 6).

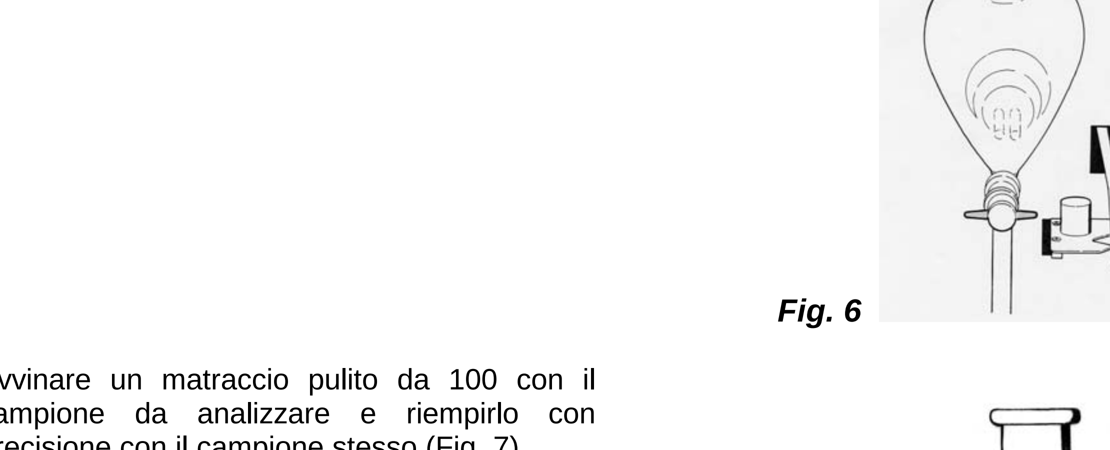


Fig. 6

Avvinare un matraccio pulito da 100 con il campione da analizzare e riempirlo con precisione con il campione stesso (Fig. 7).
Il livello del liquido deve presentare la parte inferiore del menisco sulla tacca del matraccio.
I vini giovani frizzanti, gli spumanti e le birre devono essere preventivamente privati della CO_2 per agitazione e successiva filtrazione su carta oppure lasciandoli per alcuni minuti in un bagno ad ultrasuoni.

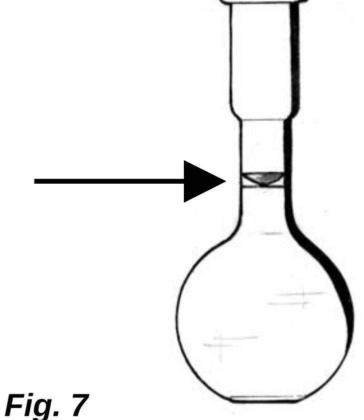
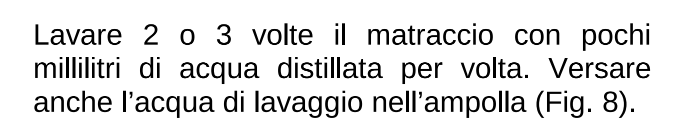


Fig. 7



Lavare 2 o 3 volte il matraccio con pochi millilitri di acqua distillata per volta. Versare anche l'acqua di lavaggio nell'ampolla (Fig. 8).

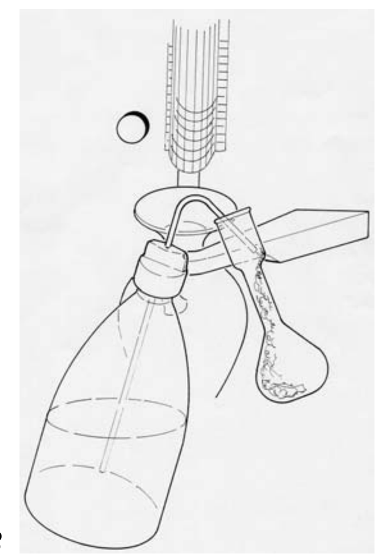


Fig. 8

Porre il matraccio sul braccio della bilancia su cui è stata posizionata la massa cilindrica ("100 ml") sul supporto esagonale (Fig. 9).
Per evitare perdite di alcool, è consigliabile introdurre nel matraccio circa 2 ml di acqua distillata fredda.

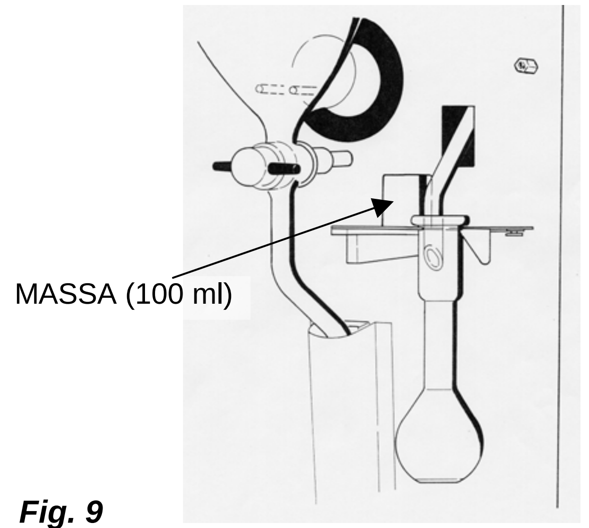


Fig. 9

Aggiungere i reattivi necessari alla distillazione: per i vini e le birre 5-10 ml di latte di calce (max 10 ml) e 5÷10 gocce di antischiuma.
L’alcalinizzazione del campione tramite l’aggiunta di latte di calce è necessaria per evitare che passino nel distillato sostanze volatili (acido acetico, anidride solforosa, aldeidi, ecc.) che interferirebbero sulla densità.
Lo scopo è infatti quello di ottenere un distillato il più possibile simile ad una soluzione idroalcolica, cioè una miscela alcool-acqua
Per controllare che la quantità di latte di calce sia stata sufficiente, cioè che il campione abbia raggiunto un valore di pH di circa 7.5, può risultare utile l’impiego di cartine indicatrici alla fenolftaleina; visivamente, comunque, si ottiene il viraggio delle sostanze coloranti del campione per effetto dell’alcalinità.

Abbassare lo schermo di protezione e chiudere l’ampolla inserendo il tappo nel foro e ruotando la manopola in senso orario fino ad arresto.
Se lo schermo non è abbassato la distillazione non può essere avviata (Fig. 10).

ATTENZIONE: è necessario ruotare la manopola del tappo completamente per garantire una perfetta tenuta dell’ampolla.

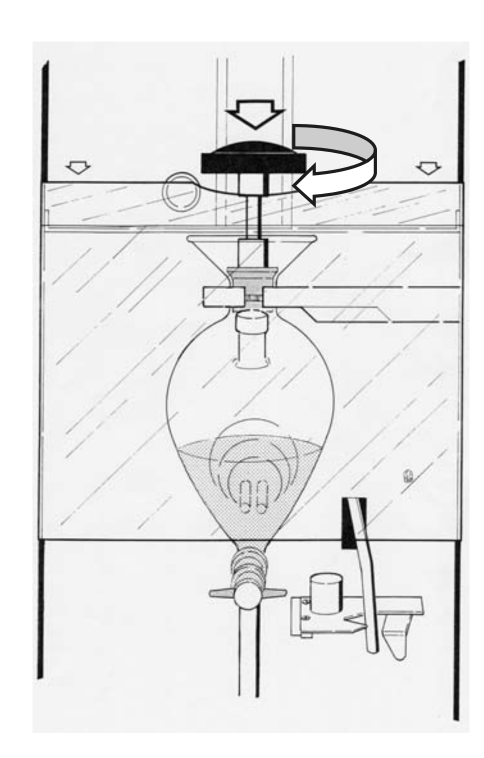
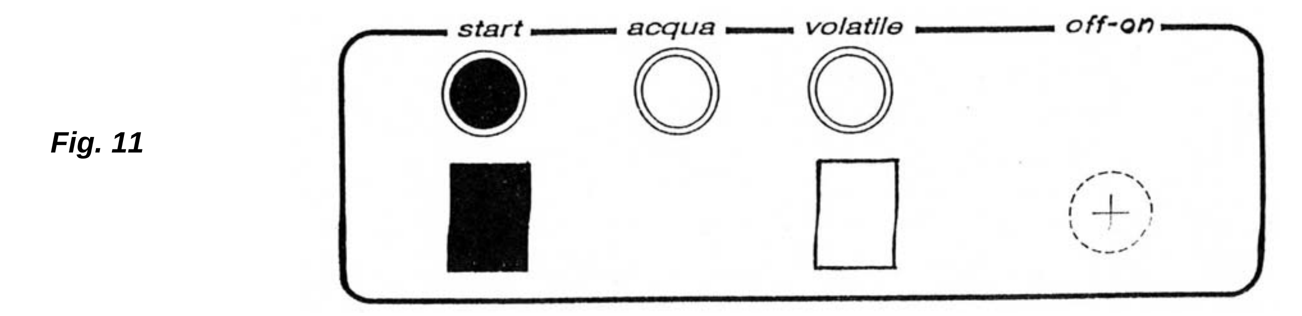


Fig. 10

Se viene utilizzato il matraccio da 200, sulla bilancia deve essere posizionata la massa cilindrica che riporta l’indicazione "200 ml" (vedere Fig. 9). Occorre inoltre raddoppiare la quantità di reattivi aggiunti al campione.

Premere l’interruttore START (Fig. 11): l’indicatore luminoso si accende. La distillazione viene avviata.

Fig. 11



Nel momento in cui vengono raggiunti circa 80 ml di distillato (partendo da 100 ml) oppure circa 160 ml (partendo da 200 ml), il DEE blocca automaticamente la distillazione. I normali tempi di distillazione sono di 3-4 minuti partendo da 100 ml e di 5-6 minuti partendo da 200 ml.
La quantità di distillato raccolto può essere cambiata variando la posizione del supporto esagonale posto sulla bilancia.
Attendere qualche minuto in modo da avere il distillato alla stessa temperatura del campione prima della distillazione. Tra prelievo e riporto a volume dopo distillazione è concesso uno scarto massimo pari a ±2°C. E’ anche possibile utilizzare un bagno termostatico in modo da avere la stessa temperatura tra campione e distillato (temperatura consigliata: 20 °C).
Aggiungere acqua distillata o demineralizzata fino a raggiungere la tacca del matraccio (come indicato in Fig. 7).
Agitare con cautela il distillato in modo da renderlo omogeneo. A questo punto il campione è pronto per l’analisi densimetrica.

5.2 Lavaggio dell'ampolla

Togliere il tappo dell’ampolla e sollevare lo schermo di protezione.
Aprire il rubinetto di scarico, lavare l’ampolla utilizzando la doccia in dotazione e, attendere lo svuotamento dell’ampolla stessa.
Richiudere il rubinetto (Fig. 12).
Lo strumento è pronto per la successiva distillazione.

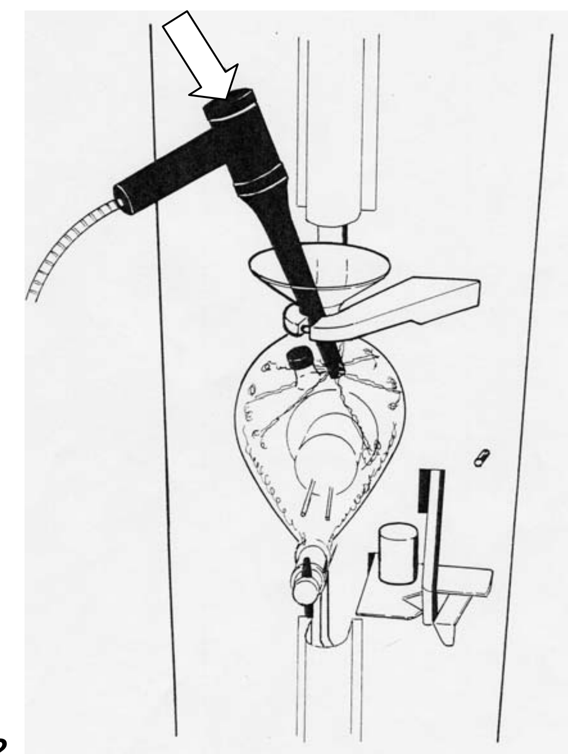


Fig. 12

6. PROCEDURA DI DISTILLAZIONE PER BEVANDE SPIRITOSE

Le bevande spiritose presentano delle caratteristiche diverse da quelle dei vini:

- valori di TAV fino al 70%
- composizione variabile

Infatti esistono bevande spiritose dalle più svariate composizioni: dalle creme di whisky alle creme di frutta, liquori molto zuccherini come vodke alla frutta o limoncelli, liquori con estratti di piante aromatizzanti o di radici, oppure ancora bevande con l'uovo o con il caffè.
Inoltre l'elevato grado alcolico rende necessario effettuare:

- una distillazione più lenta in modo da assicurare il completo passaggio dell'alcool;
- la raccolta di un maggior volume di distillato (circa 95 ml).

E' quindi difficile pensare ad un metodo di distillazione comune a tutti i tipi di bevande spiritose in quanto i vari ingredienti molte volte interferiscono in maniera diversa nella distillazione impedendo il completo passaggio dell'alcool.
Di seguito si indica una procedura per le bevande spiritose che consente di effettuare una buona distillazione in tempi brevi, senza eccessivi schiumeggiamenti, ottenendo un distillato limpido; metodiche specifiche sono riportate nel paragrafo successivo.

Procedura di distillazione	***Osservazioni***
1) Versare il campione fino al segno nell'apposito matraccio[1]	E' consigliabile che la temperatura del campione sia 20 °C. Si può anche operare a temperatura ambiente: tra prelievo e riporto a volume è concesso uno scarto massimo pari a ± 2 °C.
2) versare il contenuto nell'ampolla del distillatore	
3) lavare il matraccio 3 volte con circa 10 ml di acqua distillata	
4) aggiungere la "**soluzione per liquori**"[2]: soluzione 1:1 di NaCl 1% e allume di potassio 12% [$KAl(SO_4)_2$]	Lo scopo è quello di aumentare la conducibilità del campione e di trattenere sostanze aromatiche
5) aggiungere alcuni ml di antischiuma [2]	L'aggiunta impedisce la formazione di schiume che impedirebbero il normale passaggio dei vapori di alcool
6) raccogliere ≈ 95 ml di distillato nello stesso matraccio utilizzato per la misura del campione e nel quale sono stati posti 2 ml di acqua distillata fredda	Si può regolare la quantità di distillato agendo sul "perno delle masse", masse che determinano lo **stop automatico** (figura 8)
7) portare a volume con acqua distillata accertandosi che il distillato abbia raggiunto la temperatura di 20°C o comunque la temperatura del campione prima della distillazione (vedere osservazioni al punto 1)	È consigliabile l'impiego di un bagno termostatico
8) si tappa e si mescola con molta cautela evitando bolle	

Per quanto riguarda le acquaviti la metodica è la stessa riportata per i vini con l'avvertenza di aggiungere una quantità minore di latte di calce: a causa della bassa acidità di tali prodotti, sono sufficienti 1-2 ml.
Nel caso di gradazioni alcoliche superiori a 50% vol è consigliabile diluire il prodotto 1:2.

[1] I matracci sono tarati ed intercambiabili in massa, non in volume. Si può ricordare che i nostri matracci esplicitamente NON indicano ml, ma semplicemente 100 - 200. Noi infatti NON preleviamo 100 ml, ma una quantità ripetibile. Quindi l'accuratezza in ml NON è necessaria.
[2] Per le quantità vedere Tabella Esempi

Esempio:

Riempire un matraccio da 50 ml (classe “A”) e versare nell’ampolla il campione.
Lavare l’interno del matraccio con acqua distillata e versare nell’ampolla anche l’acqua di lavaggio.
Aggiungere nell’ampolla circa 50 ml di acqua distillata insieme ai reattivi necessari, a secondo del tipo di campione (vedere tabella seguente).
Il distillato deve essere raccolto in un matraccio da 100 ml (classe “A”).
Attendere il raggiungimento della temperatura iniziale del campione e aggiungere acqua distillata fino a raggiungere esattamente 100 ml. Il campione è pronto per l’analisi densimetrica.
Moltiplicare per 2 il valore in % vol.

ESEMPI

CAMPIONE	*INGREDIENTI*	*PROCEDURA D.E.E.*	*%vol D.E.E.*	*Dichiarato*
Liquore tipo Strega	Alcool idrato, zucchero, aromi naturali, zafferano	100 ml +1.5 ml antischiuma +3 ml soluzione per liquori	40.37	40
Crema di Limoni	Acqua, zucchero, infuso di limone, latte, panna, alcool, sciroppo di glucosio	100 ml +12 ml antischiuma	22.05	22
Grappa di lamponi	Grappa, succo di lamponi, zucchero, aromi naturali	100 ml +1.5 ml antischiuma +3 ml soluzione per liquori	32.02	32
Limoncello	Alcool, zucchero, infuso di scorze di limoni, aromi naturali	100 ml + 3 ml antischiuma +10 ml latte di calce	30.29	30
Crema Whisky	Panna di latte, zucchero, Whisky, acqua, aromi naturali	100 ml +15 ml antischiuma	14.71	15
Grappa	Grappa	100 ml +5 gocce antischiuma +3 ml soluzione per liquori	40.12	40
Pina Colada	Zucchero, alcool, panna, rhum, latte, aromi	100 ml + 9 ml antischiuma	16.80	17
China Martini	Zucchero, alcool, aromi, colorante: caramello; acidificante: acido citrico	100 ml +15 ml antischiuma + 10 ml latte di calce	31.00	31
Vermuth Bianco	Vino, zucchero, alcool, aromi	100 ml +1.5 ml antischiuma + 5 ml latte di calce	16.06	16
Anice forte	Alcool, zucchero, aromi naturali	100 ml +1.5 ml antischiuma + 5 ml soluzione per liquori	40.02	40
Liquore al caffè	Zucchero, alcool, caffè, aromi naturali	100 ml + 12 ml antischiuma	32.89	33
Cherry	Alcool, zucchero, succo di marasche, aromi naturali	100 ml +1.5 ml antischiuma + 5 ml soluzione per liquori	30.03	30
Tequila	Distillato di agave techilana	100 ml +1.5 ml antischiuma + 2 ml soluzione per liquori	38.14	38

CAMPIONE	INGREDIENTI	PROCEDURA D.E.E.	%vol D.E.E.	Dichiarato
Pastis	Alcool, zucchero, $2^0/_{00}$ anetolo, infusi di sostanze vegetali, aromi naturali,	100 ml +1.5 ml antischiuma + 5 ml soluzione per liquori	44.76	45
Vodka alla banana	vodka, zucchero, succo di banana, aromi	100 ml +1.5 ml antischiuma + 3 ml soluzione per liquori	25.17	25
Brandy	Alcool idrato, Brandy, aromi naturali, colorante: caramello	100 ml + 3 ml antischiuma + 2 ml soluzione per liquori	36.07	36
Liquore al cioccolato e menta	Latte, Zucchero, panna, sciroppo di glucosio, alcool, proteine del latte, infuso di cacao, aromi, colorante: caramello	100 ml + 12 ml antischiuma	16.06	16
Cachaca	Distillato di canna da zucchero	100 ml + 3 ml antischiuma + 3 ml soluzione per liquori	43.66	43
Amaretto (alcolato per uso esclusivo di pasticceria)	Alcool, caramello, aromi	(25 ml di campione e raccolti 100 ml di distillato) 25 ml + 75 ml acqua distillata + 3 ml antischiuma + 3 ml soluzione per liquori	valore % vol $\times$ 4 = 70.00	70
Sake	Distillato di riso	100 ml + 1 ml antischiuma + 10 ml soluzione per liquori	15.85	16
Sambuca	Alcool, zuccheri, anice, aromi naturali	100 ml + 5 ml antischiuma + 8 ml soluzione per liquori	39.86	40
Cointreau	Alcool, zuccheri, aroma arancia	100 ml + 5 ml antischiuma + 7 ml soluzione per liquori	39,81	40

Gli esempi riportati hanno carattere indicativo e non possono quindi essere esaustivi.
Le differenze riscontrate, su alcuni campioni, tra i dati sperimentali ed i valori dichiarati in etichetta rientrano nella tolleranza prevista dalla attuale legislazione (0,3 % vol sul TAV dichiarato).
Per ulteriori informazioni si rimanda al libro Gibertini “Metodo di analisi dei vini e delle bevande spiritose” nell’edizione corrente.

7. ACIDITÀ VOLATILE CON VADE-4

7.1 Installazione

Posizionare il VADE-4 alla sinistra del DEE ed effettuare il collegamento tra i due strumenti tramite il cavo (Fig. 13 - n. 5). Collegare i due strumenti a due prese separate (220 V - 15 A).
Inserire l’ugello di vetro (Fig.. 13 - n. 2) nel foro situato sull’ampolla in modo che la punta si trovi in mezzo ai due elettrodi. Avvitare bene senza forzare.
Inserire il tubo “SFIATO” in uno scarico o in una bottiglia vuota (al termine di ogni distillazione si ha una momentanea fuoriuscita di vapore).
Inserire il tubo di alimentazione “CARICO ACQUA” (Fig.13 - n. 3) in un recipiente con acqua bidistillata e comunque **esente da CO_2**.
Premere il tasto VOLATILE sul pannello del DEE.

1) Sfiato
2) Uscita vapore con ugello in vetro
3) Tubo carico acqua
4) Cavo alimentazione
5) Collegamento al DEE
6) Pulsanti riarmo (sul fondo)
7) Spie d'allarme vaporizzatore
8) Spie d'allarme riscaldatore
9) Interruttore OFF/ON
10) Fusibile

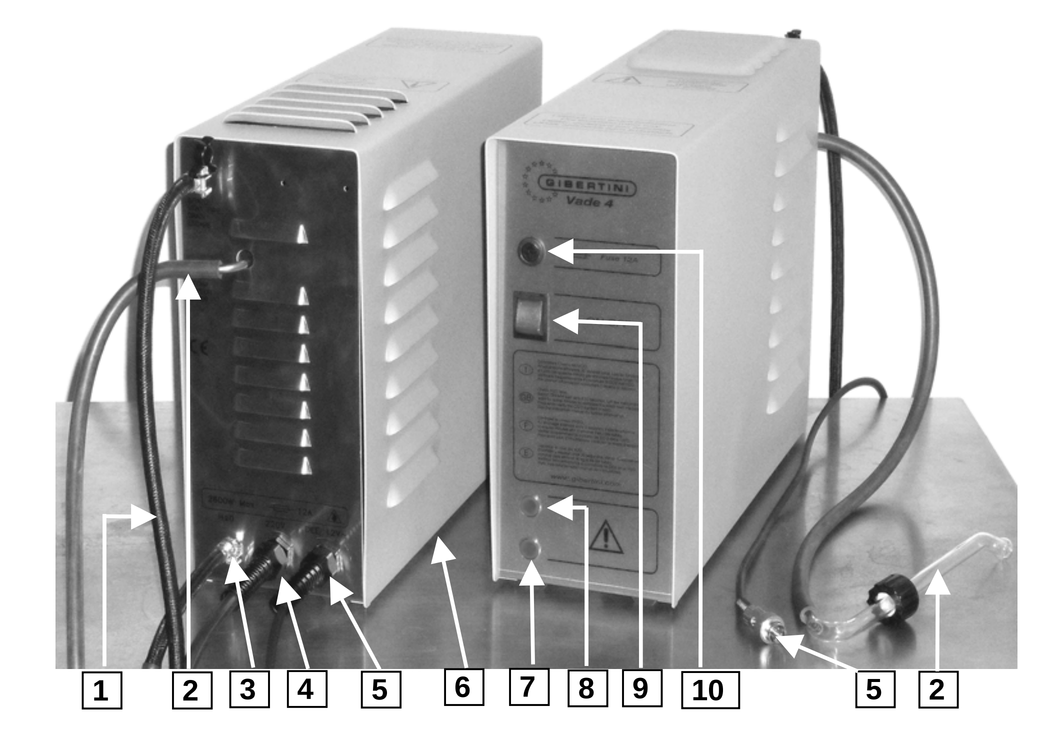


Fig. 13

7.2 Operazioni preliminari

Accendere il VADE-4 tramite l'interruttore OFF/ON (Fig. 13 - n. 9) e attendere almeno 30 secondi.
Si consiglia di non lasciare acceso il VADE-4 per parecchie ore di seguito senza utilizzarlo.
Abbassare lo schermo di protezione del DEE e chiudere l'ampolla vuota e pulita.
Premere START e lasciar funzionare il VADE-4 per qualche minuto in modo che raggiunga la temperatura di regime.
Questa operazione va ripetuta quando tra una distillazione e l'altra passano più di 10 minuti in modo da eliminare l'acqua condensata lungo i tubi.

IMPORTANTE!

Il tenore in CO_2 deve essere controllato almeno una volta al giorno e comunque ogni volta che si cambia o si aggiunge acqua nel recipiente di alimentazione. Procedere in questo modo:

- Inserire una beuta sulla bilancia del DEE, senza massa sulla bilancia.
- Introdurre nell'ampolla 20 ml di acqua bidistillata utilizzata per alimentare il VADE-4.
- Abbassare lo schermo di protezione, chiudere l'ampolla e premere START. La distillazione si arresta automaticamente dopo aver raccolto circa 250 ml di distillato.
- Aggiungere al distillato qualche goccia di fenolftaleina 1 % + 0,1 ml di NaOH 0,1 N.

Il liquido deve mantenere la colorazione rosa stabile per almeno 10 secondi.
Se ciò non si verifica è necessario decarbonicare l'acqua e/o pulire la colonna.

7.3 Determinazione dell'acidità volatile

Introdurre nell'ampolla 20 ml di vino decarbonicato. Se lo si ritiene, aggiungere 1 ml di acido tartarico al 50 %, controllando la data di scadenza. Abbassare la protezione e chiudere l'ampolla. Inserire una beuta sulla bilancia, senza massa e premere il tasto START. La distillazione si blocca automaticamente nel momento in cui sono stati raccolti 250 ml di distillato. Il tempo di distillazione è di circa 6 minuti.
Al termine della distillazione, aggiungere al distillato qualche goccia di fenolftaleina 1 % e titolare con NaOH 0,1 N fino alla comparsa del colore rosa stabile per almeno 10 secondi.

Acidità volatile lorda = **n** x 0,3 (dove **n** sono i millilitri di NaOH utilizzati)

Per ottenere il valore dell'acidità volatile corretta è indispensabile procedere alla determinazione dell'anidride solforosa, la cui quota dovrà essere sottratta dall'acidità volatile lorda.

7.4 Detrazione per l'anidride solforosa (SO2)

Aggiungere al distillato già titolato qualche goccia di acido solforico diluito 1:4 e circa 5 ml di salda d'amido 1%. La soluzione deve ritornare incolore.

Titolare l'anidride solforosa libera con I_2 N/100 fino al viraggio al blu dell'indicatore (millilitri utilizzati **= n'**).

Passare ad ambiente alcalino aggiungendo 20 ml di soluzione satura di borato di sodio. La soluzione ritorna rosa.

Titolare con I_2 N/100 fino alla comparsa del blu (millilitri utilizzati **= n''**).

Sottrarre dai ml di NaOH 0,1 N (**n**) una quantità pari a $\frac{n'}{10} + \frac{n''}{20} = n'''$

Acidità volatile corretta = (**n** – **n'''**) x 0,3 (espressa in g/l di acido acetico)

La titolazione del distillato per la determinazione dell'acidità volatile, sia lorda che corretta, avviene in modo automatico utilizzando l'analizzatore enologico QUICK prodotto dalla Gibertini Elettronica.

7.5 Confronto con altri acidimetri

Nel caso in cui i risultati ottenuti con il nostro sistema di distillazione vengano confrontati con altri strumenti è assolutamente indispensabile partire dallo stesso volume iniziale (20 ml) e raccogliere lo stesso volume finale (250 ml). In caso contrario i risultati non sono paragonabili.

Occorre anche tener presente che la distillazione effettuata da DEE e VADE-4 è molto rapida rispetto ad altre e che, di conseguenza, l'anidride solforosa tende a passare maggiormente nel distillato.
Si avrà quindi una quota maggiore da detrarre per avere l'acidità volatile corretta.

7.6 Distillazione per la determinazione del TAV (Titolo Alcolometrico Volumico)

Per passare alla distillazione per la determinazione del titolo alcolometrico volumico, disinserire il tasto "VOLATILE"; svitare l'ugello in vetro dall'ampolla e richiudere con l'apposito tappo senza forzare.

ATTENZIONE! - Sul pannello anteriore del VADE-4 si trovano due spie luminose evidenziate con il segnale di pericolo (Fig. 13 - n. 7 e 8). Durante il funzionamento del VADE-4 devono rimanere normalmente spente. Nel caso in cui si accendano occorre procedere come segue:
Controllare che non sia mancata l'acqua di alimentazione del VADE-4 (la mancanza di acqua può provocare un eccessivo surriscaldamento).
Premere con una punta i pulsanti posti sotto lo strumento (Fig. 13 - n. 6).
Continuare ad utilizzare il VADE-4 controllando che le spie non si accendano di nuovo.
Se questo dovesse succedere ancora occorre interpellare il servizio tecnico Gibertini.

8. MANUTENZIONE DELLO STRUMENTO

8.1 Ampolla di distillazione

Dopo ogni distillazione, l’ampolla deve essere lavata in modo da evitare contaminazione del campione successivo.
Periodicamente pulire l’ampolla introducendo circa 500 ml di acqua distillata o demineralizzata e circa 20 ml di soluzione di cloruro di sodio NaCl 1 %. Togliere l'ugello vapore ed avviare la distillazione in alcool (mantenendo disinserita la funzione VOLATILE).
Per eliminare eventuali incrostazioni che i campioni possono aver lasciato sugli elettrodi e/o sul vetro si può intervenire nei due modi seguenti:

1- versare nell'ampolla una soluzione diluita di HCl 0,1N ed attendere qualche ora; utilizzare eventualmente uno scovolino.
2- introdurre nell'ampolla la soluzione B, fornita con lo strumento, in quantità sufficiente a coprire le incrostazioni. Anche in questo caso attendere qualche ora e utilizzare eventualmente uno scovolino.

In ogni caso, sciacquare sempre accuratamente prima di riutilizzare il distillatore.

ATTENZIONE! Non premere il tasto START quando nell’ampolla è presente una soluzione per la pulizia. Per maggiore sicurezza, togliere la spina dalla presa elettrica.

8.2 Elettrodi

Gli elettrodi, con l'uso, tendono a consumarsi e devono quindi essere sostituiti per mantenere efficace la distillazione. E’ difficile prevederne la durata in quanto questa dipende dal tipo di campioni analizzati e dalla frequenza di utilizzo dello strumento (approssimativamente 2000 distillazioni).

8.3 Colonna

Durante il normale uso del DEE, la colonna non richiede una particolare pulizia. Se tuttavia ci sono motivi per ritenere che la colonna sia contaminata da residui acidi (per esempio se il distillato in corrente di vapore non rispetta il punto 1 dei requisiti per l’acidità volatile, come riportato a pagina 3), si deve procedere ad una pulizia nel modo seguente:

- ❖ introdurre nell’ampolla circa 500 ml di acqua distillata o demineralizzata e circa 20 ml di soluzione di cloruro di sodio NaCl 1 %. Avviare la distillazione, mantenendo disinserita la funzione VOLATILE.

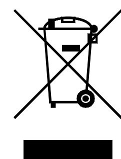
Non è necessario raccogliere il distillato. Interrompere la distillazione tenendo premuta verso il basso per qualche secondo la bilancia.

8.4 Ugello VADE-4

Nel caso in cui l’ugello presentasse delle incrostazioni, è possibile pulirlo nel modo seguente:

- ❖ spostare indietro, verso il tubo di gomma, il tappo nero forato e le guarnizioni
- ❖ immergere la parte in vetro in un cilindro riempito con la soluzione B, fornita con lo strumento per il lavaggio dell'ugello.
- ❖ Lasciarlo immerso per qualche ora e successivamente sciacquare immergendo l’ugello in acqua.

9. SMALTIMENTO – INFORMAZIONE AGLI UTENTI



Ai sensi dell'art. 13 del Decreto Legislativo 25 luglio 2005, n. 151 "Attuazione delle Direttive 2002/95/CE, 2002/96/CE e 2003/108/CE, relative alla riduzione dell'uso di sostanze pericolose nelle apparec-chiature elettriche ed elettroniche, nonché allo smaltimento dei rifiuti"

Il simbolo del cassonetto barrato riportato sull'apparecchiatura o sulla sua confezione indica che il prodotto alla fine della propria vita utile deve essere raccolto separatamente dagli altri rifiuti.
La raccolta differenziata della presente apparecchiatura giunta a fine vita è organizzata e gestita dal produttore. L'utente che vorrà disfarsi della presente apparecchiatura dovrà quindi contattare il produttore e seguire il sistema che questo ha adottato per consentire la raccolta separata dell'apparecchiatura giunta a fine vita.
L'adeguata raccolta differenziata per l'avvio successivo dell'apparecchiatura dismessa al riciclaggio, al trattamento e allo smaltimento ambientalmente compatibile contribuisce ad evitare possibili effetti negativi sull'ambiente e sulla salute e favorisce il reimpiego e/o riciclo dei materiali di cui è composta l'apparecchiatura.
Lo smaltimento abusivo del prodotto da parte del detentore comporta l'applicazione delle sanzioni amministrative previste dalla normativa vigente.

INDEX

All the information given in this manual is what available at the time of printing.
The manufacturer reserves the right to make changes to the product at any time without notice.
It is advisable to verify if there are any updates.

1. IMPORTANT WARNINGS

N.B. - THESE “WARNINGS” ARE INTEGRAL PART OF THE INSTRUMENT

THIS INSTRUMENT IS TO BE USED STRICTLY FOR SCIENTIFIC PURPOSES AND/OR FOR INTERNAL FACTORY CONTROL ONLY. NOT FOR USE IN RETAIL TRADES.
THIS INSTRUMENT IS NOT TO BE USED IN AREAS EXISTING DANGER OF EXPLOSION.
ALL OUR INSTRUMENTS MEET INTERNATIONAL EMC-EMI-RFI STANDARDS ACCORDING TO 2004/108 EEC DIRECTIVE ON ELECTROMAGNETIC COMPATIBILITY.

It is important to note the following points for correct operation of the instrument:

1- Read the technical instructions given in the operating manual carefully. This manual contains information about installation and use. If these instructions are not carried out precisely, the accuracy of results may be affected. If in doubt, please consult the supplier’s engineers.
2- In common with any electrical equipment, installation should be carried out by a competent person. In particular:
   - ensure that the instrument is correctly earthed;
   - do not install the instrument in areas of high fire risk, for example, in the presence of inflammable gases and vapours;
   - switch off and disconnect the power supply before removing any cover;
   - do not touch the instrument with wet hands.
3- Install the instrument on a vibration free base and away from draughts or sources of heat. Check the instrument by a suitable qualified person after installation or after repositioning.
4- Avoid connection to a power supply showing high voltage variations due to other loads. The instrument should not be connected to the same electrical circuit as other high power consuming equipment as large fluctuations may cause some inaccuracy.
5- The instrument should be checked every 6 months for correct functioning, calibration and accuracy, also of the internal calibration mass, by a suitable qualified person.
6- Each day, before use, a routine calibration check should be carried out using a reference standard, possibly certified. The references standard should be checked at least once a month.
7- Check the zero function before each operation.
8- If in doubt about any function please call a qualified person. Avoid interference by non-qualified persons.
9- If the instrument is used for weighing or analyse alimentary substances, do not use it with other substances that can cause contamination.
10- If the instrument is used for weighing or analyse chemicals and other similar substances, ensure that it is always carefully cleaned to avoid potentially dangerous reactions.
11- Always clean the instrument after use to avoid subsequent inaccuracies and/or damage to the equipment.
12- Gibertini Elettronica s.r.l. does not accept any legal liability for damages or other consequences due to mishandling of the instrument or its accessories.

ADDITIONAL PROCEDURES FOR WEIGHING SUBSTANCE WITH GREAT ACCURACY

Gibertini Instruments are manufactured to be reliable in use with high accuracy. However, reduced accuracy is always possible due to ambient conditions, incorrect installation or improper use. Where greater accuracy is required, the following procedures should be observed:
- use modern instruments (manufactured within three years) which are fully maintained;
- check the instrument calibration before any operation;
- make at least two measurements;
- consider the use of two instruments installed together and make measurements on both units, otherwise use references standard certified from a recognised institute.

2. SPECIFICATIONS

1.1 General description

An automatic distillation unit designed for distillation of wines, spirits, perfumes and beers for determination of alcohol content and, with VADE-4, volatile acidity.
The measured quantity of sample, (100 or 200 ml for alcohol content, 20 ml for volatile acidity), is placed in the distillation chamber, reagents are added to neutralise the sample and to make a conductive solution and then distillation can begin.
The distillate is collected in a volumetric flask mounted on a balance arm which will stop the distillation when a preset volume has been collected.
For volatile acidity, the distillate is collected in a 300 ml conical flask.
Distillation Unit can be used for other parameters (ex : sorbique acid, total SO_2)
Further information on the book (Analysis methods of wines and alcoholic beverages – Gibertini current edition).
Distillation Unit is equipped with ecological apparatus that reduce consumption of water-cooling : water pass into the refrigerator only during the distillation.
DEE and VADE-4 are produced according to directives 2006/42 EEC and 85/375/EEC for the safety of the analysts.
The instruments are also in accordance with the directive 2004/108 EEC (electromagnetic compatibility).

2.2 Comparison with the official methods

Whether for ASV – Alcoholic Strength by Volume (DEE) or for volatile acidity (DEE with VADE-4), the instruments are in conformity with OIV methods as prescribed by Regulation n. 606/2009 EEC.

2.2.1 Alcoholic strength by volume (ASV)

For the wines, the current regulations permit the use of any model of the apparatus for distillation or extraction with a steam current of water on condition that it satisfies the following test:

- Distil 5 times in succession a 10 % vol water-alcohol mixture. After the last distillation, the distillate should present an Alcoholic Strength by Volume of almost 9,9 % vol, in other words, during each distillation it does not lose a quantity of alcohol higher than 0,02 % vol.

2.2.2 Volatile acidity

The ECC legislation does not described one unique type of distillation apparatus, but requires that any apparatus or technique which satisfies the following 3 requirements, constitutes an official international apparatus or technique.

1. The steam of water produced by the generator must be free from CO_2.
   Distil 20 ml water collecting 250 ml of distillate, adding 0,1 ml di NaOH 0,1 N and 2 drops phenolphthalein 1 % in alcohol: the colour must remain stable pink for at least 10 seconds.
2. 99,5 % of acetic acid contained in a 0,1 M solution must be found in the distillate.
   Distil 20 ml acetic acid 0,1 M.
   Collect 250 ml distillate and titrate with at least 19,9 ml NaOH 0,1 N.
3. A maximum of 0,5 % of a 1 M solution of lactic acid may distil.
   Distil 20 ml of a M solution of lactic acid, collect 250 ml of distillate and titrate with maximum 1,0 ml NaOH 0,1 N.

2.3 Electrical Requirement of DEE and of VADE-4

Power source :	220 V -10 % / +15 % , 50 Hz
Power consumption:	3300 W max (DEE)
	2600 W (VADE-4)

The unit must be connected to a fused and switched mains supply which is efficiently earthed.

2.4 Water Requirements

Minimum pressure	2 bar
Flow rate	5 litres/minute
Temperature	max 20°C

2.5 Dimensions and weights

DEE PV	L280 x P460 x H1000 mm	25 kg
VADE-4	L140 x P405 x H307 mm	10 kg

3. UNPACKING

If the unit has been shipped by carrier, carefully unpack the cartons and stand the distillation unit on a bench. Identify the box containing the reagents, bottles and various connectors.
A visual check should be made of all items for evidence of any damage which, if found, must be reported to the carrier and the suppliers within 3 days.

3.1 Standard accessory kit

3.1.1 Glassware

3 x 100 Volumetric flasks with plug
1 x 200 Volumetric flasks with plug
2 x 300 ml Conical flasks with plug
1 x 500 ml Dispenser
1 x 100 ml Dropper bottle
3 x Dropper plastic pipettes

3.1.2 Reagents

Distilled water
1 x 500 ml Calcium oxide CaO suspension 12%
1 x 250 ml Tartaric acid 50 %
1 x 100 ml Anti-foam
1 x 500 ml Solution for liqueurs
1 x 500 ml Cleaning solution (solution B)

3.1.3 Fitting

1 Length water tubing and clips
1 Length drainage tubing and clip

ATTENTION: The flasks are calibrated and interchangeable in mass, not in volume.
Remember that our flask explicitly do not indicate ml, but only 100 and 200.
We do not withdraw 100 ml, but a repeated quantity. So accuracy in ml is not necessary, but it is imperative that the volume of wine and distillate is the same at same temperature.

3.2 Description

1) Power cable 220 V + ground Fuse 16 A
2) Sprinkler for rinsing distillation chamber
3) Drain tap of distillation chamber
4) Electrodes
5) Hole for VADE-4 glass nozzle
6) Warning light for open drain tap
7) Sealing bung of distillation chamber
8) Hand knob for sealing bung
9) Plexiglas screen
10) START push button
11) START indicator
12) WATER indicator
13) VOLATILE analysis indicator
14) VOLATILE analysis push button
16) ON/OFF switch with indicator
18) Distillation chamber
19) Cylindrical calibrated masses
20) Distillate tube
21) Precision balance

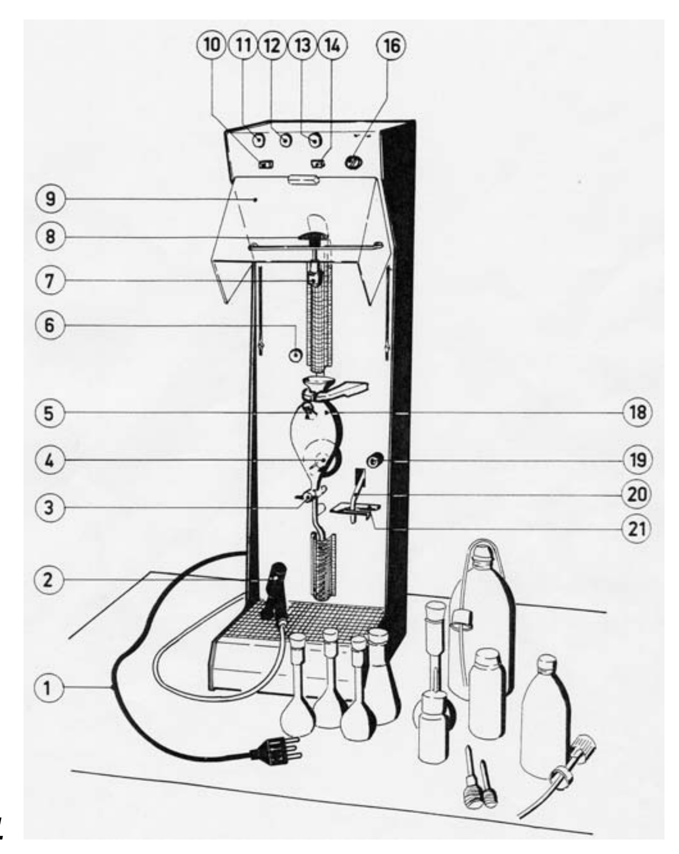


Fig. 1

1) Power cable
22) Rear panel fastening
23) Rear panel
24) Pressure regulator-Flow regulator group
25) Water supply connector
26) Water discharge
27) VADE-4 connector

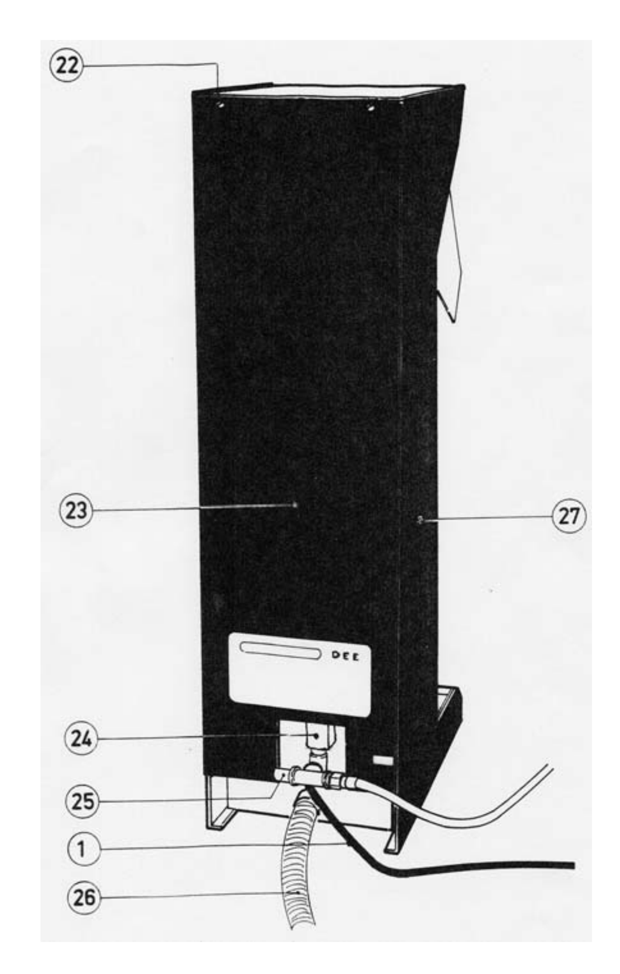


Fig. 2

4. INSTALLATION

Remove the screws (Fig. 2 - n. 22) of the rear panel of the distillation unit and remove any foam packing around the internal and external glassware.

Release the internal balance mechanism by fully unscrewing the red painted screw which locks the balance (Fig. 3).

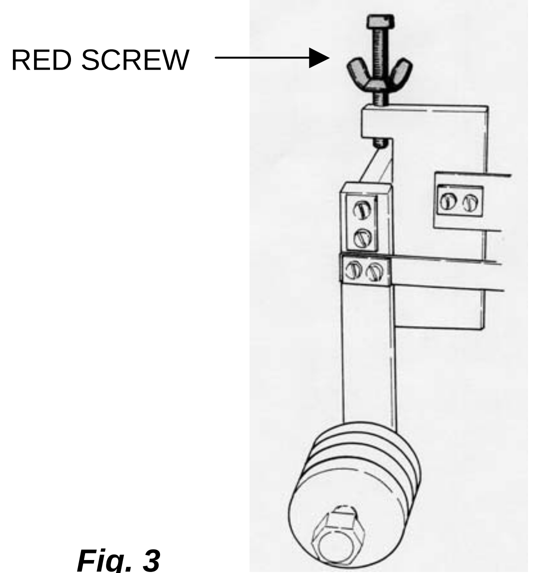


Fig. 3

Connect the large bore corrugated drainage tube to the stainless steel water discharge pipe. Clamp the tube with a hose-clip. (Fig. 4)
Connect the mains water supply to the nipple on the Tee piece using the clear PVC. tubing and clamp with a hose-clip. (Fig. 4)

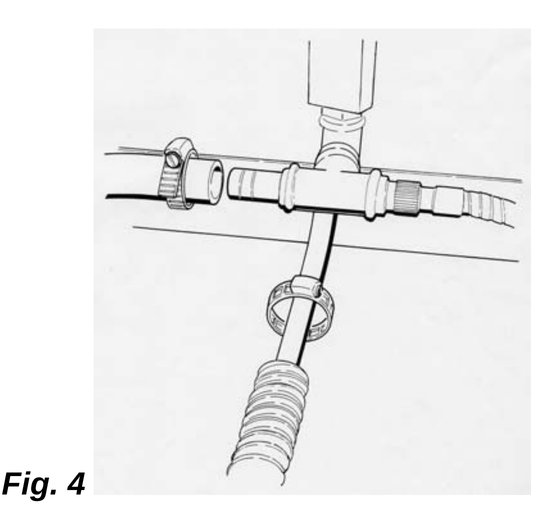


Fig. 4

Close the Distillation Unit with rear panel and connect the power cable to a 220 V -16A power supply protected by fuses.

Turn the ON/OFF switch on the Control panel and turn the water supply ON.
The water indicator on the front panel (Fig. 5) will be illuminated. (Note: if the water indicator light is not on, the distillation cycle will not start).

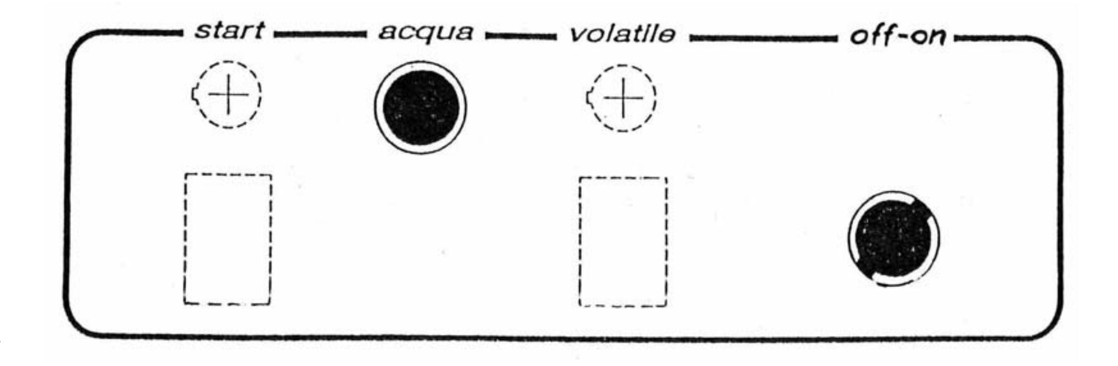


Fig. 5

5. ALCOHOL DISTILLATION (ASV determination)

5.1 Distillation

Check that the drainage tap on the distillation chamber is closed and that the warning light is off (Fig. 6).

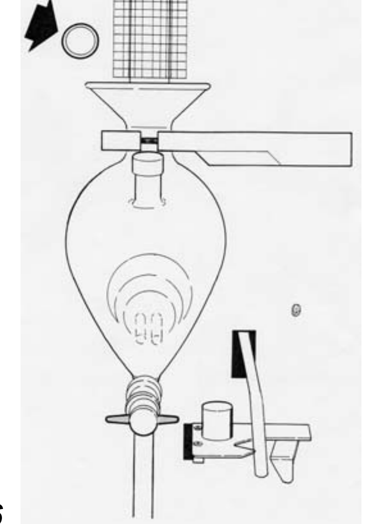


Fig. 6

Rinse out a clean 100 ml volumetric flask with the sample to be analysed and then accurately fill the flask with the wine or spirit to be tested. The meniscus must be on the mark (Fig. 7).
For beers and sparkling wines, a degassing stage must be carried out by filtration prior to filling the flask.

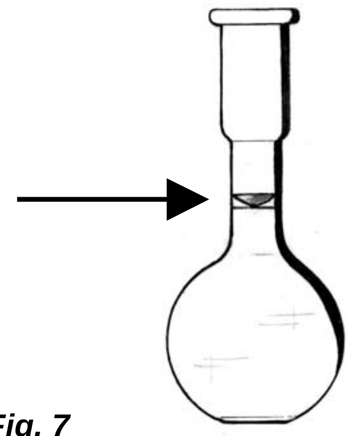


Fig. 7

Carefully pour the contents of the flask into the distillation chamber and then use the distilled water sprinkler to wash out the flask still overturned. Use approximately 20 ml of water keep rotating the flask (Fig.. 8).

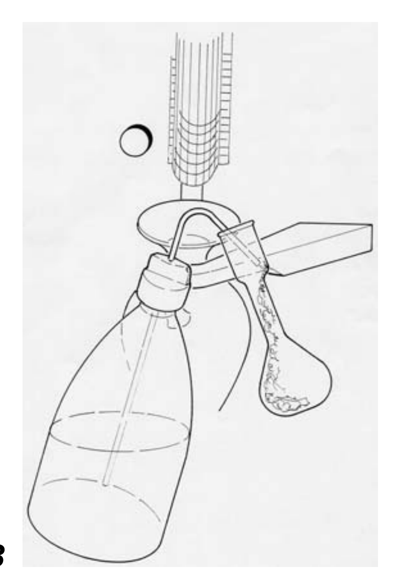


Fig. 8

Place the flask on the balance arm with the cylindrical mass (100 ml) on the hexagonal pin (Fig. 9).
To avoid an loss of alcohol, it advised pour into the volumetric flask about 2 ml of cold distilled water.

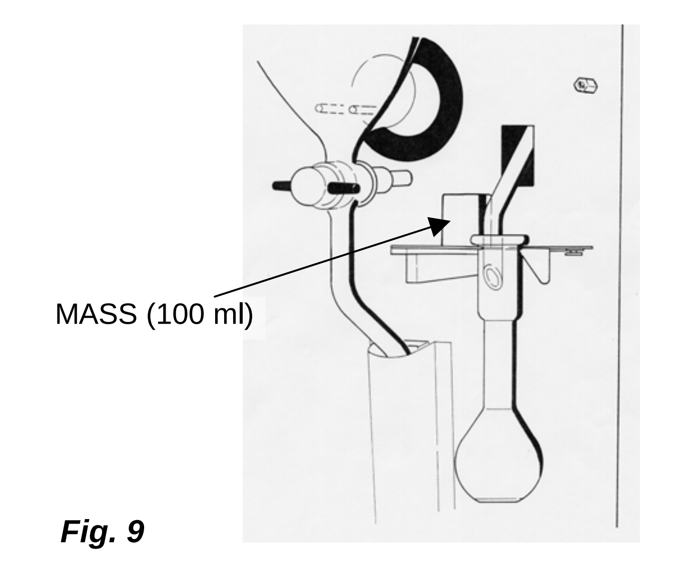


Fig. 9

Add the required distillation reagents: for wine and beer distillation 5/10 ml of milk of lime (max 10 ml) and 5/10 drops of anti-foam.
The alkalisation of sample by the addition of suspension of milk of lime is necessary to avoid the distillation of the other volatile substances (acetic acid, sulphurous anhydride, aldehydes, etc.) which will interfere with the density.
In fact the desired goal is to obtain a distillate similar to a hydroalcoholic solution, that is to say a pure alcohol-water mixture.
To obtain a satisfactory distillation, optimum sample pH is about 7,5. To check if the addition of milk of lime is enough can be used litmus paper.
Anyway is visual a change of sample colour, this means that is change sample pH.

Lower the plexiglas screen and close the distillation chamber: insert the plug in the distillation chamber and screw in the knob clockwise until stop.
If this safety screen is not lowered, distillation will not start. (Fig. 10)

ATTENTION: it is necessary to screw in completely the plug knob to guarantee a perfect sealing of the distillation chamber.

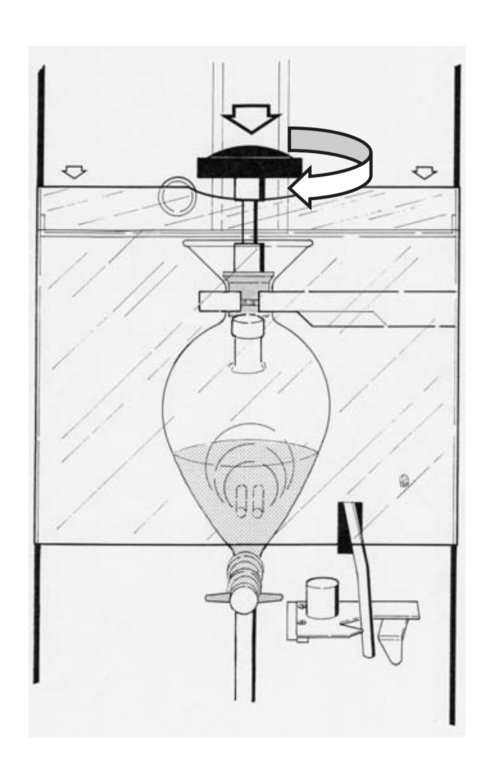
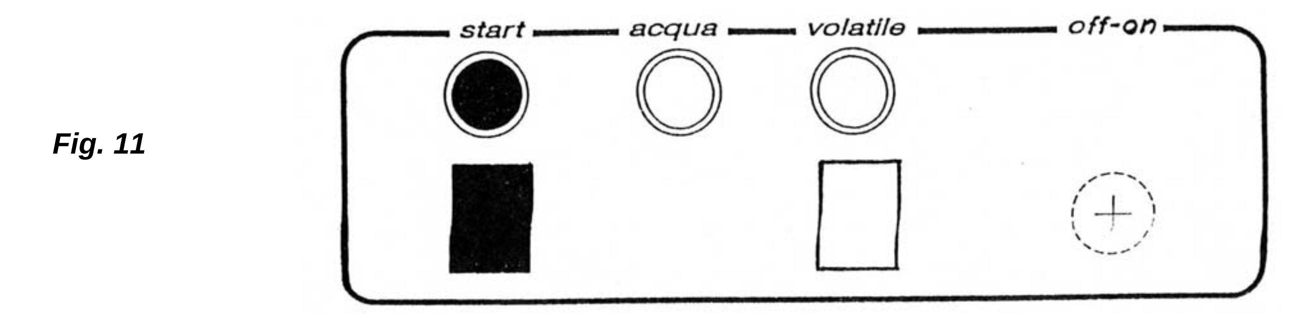


Fig. 10

If the 200 ml volumetric flask is used, place on the hexagonal pin the correspondent mass (200 ml). Add a double quantity of milk of lime and anti-foam.

Press the "Start" switch (Fig. 1 - n. 10) whereupon the "Start indicator" (Fig. 1 - n. 11) should also illuminate. The distillation process will now start.

Fig. 11



The distillate (~ 80 ml) will collect in the 100 ml volumetric flask (or 160 ml in the 200 ml volumetric flask).
The normal time of distillation is 3-4 minutes for 100 ml and 5-6 minutes for 200 ml.
The actual weight of sample to be collected can be altered by adjusting the position of the hexagonal pin on the balance arm.
For normal use 80 ml should be collected but it must never exceed 100 ml.
When the set quantity is collected the unit will turn off automatically.
Wait some minutes because the distillate temperature must be the same of the sample before distillation. Between sample temperature before distillation and distillate temperature after can be accepted maximum ± 2 °C.
Add distilled water exactly until the mark (Fig. 7), then seal with the rubber bung and shake the flask. This sample is then ready for analysis by densimetry.

5.2 Cleaning

Remove the sealing bung from the distillation chamber and raise the plexiglas safety screen.
Open the drain tap. When the residue of the sample has been drained, wash out the distillation chamber with the sprinkler and then, when all water has been drained out, close the drain tap (Fig. 12).
The unit is then ready for a new sample.

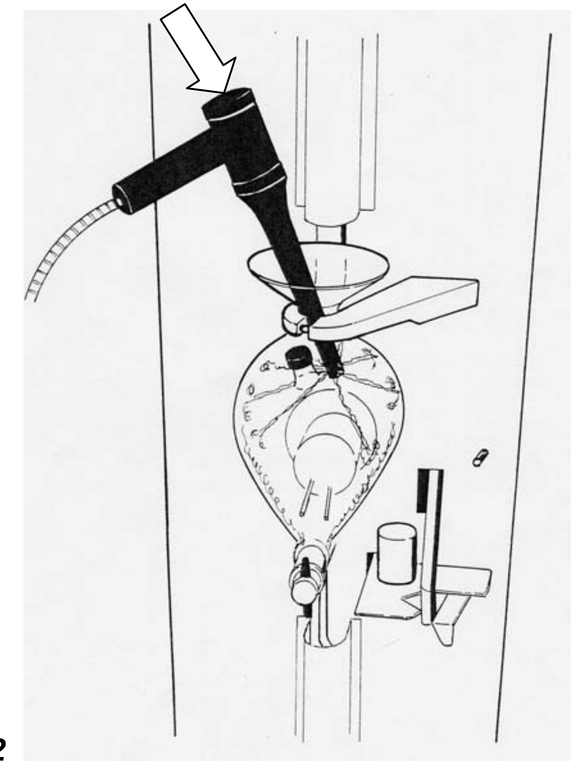


Fig. 12

6. THE DISTILLATION PROCEDURE FOR SPIRITS

Spirits present different characteristics from those of wines:

- Values of ASV up to 70%
- Variable composition

In fact spirits with very different composition exist: from cream whisky to fruit creams, from very sweet liqueurs such as vodka with fruit or limoncello to liqueurs with extracts of aromatic plants or roots, or even drinks with egg or coffee.
In addition the higher alcoholic strength result in:

- A very slow distillation in order to make sure of the complete extraction of alcohol.
- Collection of a greater volume of the distillate (around 95 ml).

It is difficult to find a common distillation method for all the different kinds of spirits because the various ingredients interfere with the distillation in different ways, sometimes blocking the passage of the alcohol. Below is listed the basic procedure for spirits which allows a good distillation to be carried out in a short time, without excessive foam, and resulting in a clear distillate; the specific methods applicable to different alcohol products are indicated in the subsequent paragraph.

	The distillation procedure	***Observations***
1)	The sample is poured up to the mark of the special flask[3]	It is recommended that the temperature of the sample is 20°C. One can also operate at room temperature: from the sampling and the bringing back to volume after distillation a maximum deviation of ± 2°C is allowed.
2)	Pour the contents into the bulb of the distillatory	
3)	Wash the flask 3 times with 10 ml of distilled water and add washings to distillatory bulb	
4)	Add the **“solution for liqueurs”** [4]: solution 1:1 of NaCl 1% and $[KAl(SO_4)_2]$ 12%	The aim is to increase the conductivity of the sample and to suppress the aromatic substances.
5)	Add a few ml of diluted antifoam [2]	Its addition avoids the formation of foam which would be an obstacle to the normal distillation of the alcohol.
6)	Add about 2 ml cold distilled water to the same flask used for measurement of the sample. Collect ≈ 95 ml of distillate.	It is possible to regulate the quantity of the distillate by adjusting “the pivot of mass”, this balance system controls **the automatic stop.** (Fig. 9)
7)	Add distilled water until near volume, stopper and bring to volume when the temperature reaches 20°C or the temperature of sample before distillation (see point 1 – observations)	The use of a thermostatic bath is advised
8)	Stopper the flask and mix with care to avoid bubbles	

Regarding brandy, etc. the method is the same as that indicated for wines the exception of the addition of a small quantity milk of lime : because of the low acidity of such products, 1-2 ml is sufficient.
In the case of a higher than 50 % vol alcoholic strength it is advisable to dilute to 1:2.

[3] The flask are calibrated and interchangeable **in mass**, not in volume.
Remember that our flask explicitly **do not indicate "ml"** but only 100-200.
We DO NOT withdraw 100 ml, but a repeated quantity. So accuracy in ml is NOT necessary.
[4] See “Example” table for the suggested quantity.

Example:

Fill a 50 ml volumetric flask (class “A”) and pour the sample into distillation chamber.
Wash internally the volumetric flask with distilled water and pour also the washing water into distillation chamber.
Add into the distillation chamber about 50 ml distilled water with the required distillation reagents (see “Examples” table).
The distillate must be collected into a 100 ml volumetric flask (class “A”).
Wait some minutes because the distillate temperature must be the same of the sample before distillation.
Add distilled water exactly until the mark.
The sample is ready for analysis by densimetry
Multiply the value % vol by 2

EXAMPLES

SAMPLE	*INGREDIENTS*	*D.E.E PROCEDURE*	*%vol D.E.E.*	*Declared*
Liqueur type Strega	Alcohol water, sugar, natural flavours, saffron	100 ml +1.5 ml antifoam +3 ml solution for liqueurs	40.37	40
Lemon cream	Water, sugar, lemon infusion, milk, cream, alcohol, glucose syrup	100 ml +12 ml antifoam	22.05	22
Grappa of raspberries	grappa, raspberries juice, sugar, natural flavours	100 ml +1.5 ml antifoam +3 ml solution for liqueurs	32.02	32
Limoncello	Alcohol, sugar, infusion of lemon rind, natural flavours	100 ml + 3 ml antifoam +10 ml milk of lime	30.29	30
Whisky cream	Dairy cream, sugar, Whisky, water, natural flavours	100 ml +15 ml antifoam	14.71	15
Grappa	Grappa	100 ml +5 drop antifoam +3 ml solution for liqueurs	40.12	40
Pina Colada	sugar, alcohol, cream, rum, milk, flavours	100 ml + 9 ml antifoam	16.80	17
China Martini	Sugar, alcohol, flavours, colorants: caramel; acidifier: citric acid	100 ml +15 ml antifoam + 10 ml milk of lime	31.00	31
White Vermuth	Wine, sugar, alcohol, flavours	100 ml +1.5 ml antifoam + 5 ml milk of lime	16.06	16
Strong anisette	Alcohol, sugar, natural flavours	100 ml +1.5 ml antifoam + 5 ml solution for liqueurs	40.02	40
Liqueur with coffee	sugar, alcohol, coffee, natural flavours	100 ml + 12 ml antifoam	32.89	33
Cherry	Alcohol, sugar, egriot juice, natural flavours	100 ml +1.5 ml antifoam + 5 ml solution for liqueurs	30.03	30
Tequila	Distillate of agaves techilana	100 ml +1.5 ml antifoam + 2 ml solution for liqueurs	38.14	38

SAMPLE	INGREDIENTS	D.E.E PROCEDURE	%vol D.E.E.	Declared
Pastis	Alcohol, sugar, $2^0/_{00}$ anethole, infusion of vegetable substances, natural flavours	100 ml +1.5 ml antifoam + 5 ml solution for liqueurs	44.76	45
Banana Vodka	vodka, sugar, banana juice, flavours	100 ml +1.5 ml antifoam + 3 ml solution for liqueurs	25.17	25
Brandy	Alcohol hydrate, Brandy, natural flavours, colorant: caramel	100 ml + 3 ml antifoam + 2 ml solution for liqueurs	36.07	36
Liqueur with chocolate and mint	Milk, sugar, cream, glucose syrup, alcohol, milk protein, infusion of cacao, flavours, colorant: caramel	100 ml + 12 ml antifoam	16.06	16
Cachaca	Distillate of sugar-cane	100 ml + 3 ml antifoam + 3 ml solution for liqueurs	43.66	43
Amaretto (alcoholate for exclusive use in confectionery)	Alcohol, caramel, flavours	25 ml + 75 ml distilled water (collect 100 ml) + 3 ml antifoam + 3 ml solution for liqueurs	value % vol $\times$ 4 = 70.00	70
Sake	Distillate of rice	100 ml + 1 ml antifoam + 10 ml solution for liqueurs	15.85	16
Sambuca	Alcohol, sugars, anisette, natural flavours	100 ml + 5 ml antifoam + 8 ml solution for liqueurs	39.86	40
Cointreau	Alcohol, sugars, orange flavours	100 ml + 5 ml antifoam + 7 ml solution for liqueurs	39.81	40

The samples are only indicative, so they must not be considered exhaustive.
The differences found from the experimental data on some samples compared to the values indicated on the label fall within the tolerance expected from the current legislation (0,3 % vol on indicated ASV)
For other information to see the GIBERTINI book “Analysis methods of wines and alcoholic beverages” – current issue

7. VOLATILE ACIDITY WITH VADE-4

7.1 Installation

Place the VADE-4 at the left side of the DEE and insert the VADE-4 cable (Fig. 13 - n. 5) in the corresponding DEE connector.
Connect both instruments to two separate 220 V - 15 A sockets.
Insert the glass nozzle (Fig. 13 - n. 2) in the spout of the distillation chamber between the two electrodes. Screw firmly but not too tightly.
Insert the vent tube (Fig. 13 - n. 1) in a discharge or in a empty bottle (on the end of the distillation there is a steam refugee).
Insert the feeding tube "WATER LOADING" (Fig. 13 - n. 3) in a tank of bidistilled water **free from CO_2**.
Press the VOLATILE push button on the DEE panel.

1) Vent tube
2) Steam output
3) Water loading tube
4) Power cable
5) DEE cable connection
6) Reset buttons
   (on bottom)
7) Vaporizer warning light
8) Heater warning light
9) Switch OFF/ON
10) Fuse

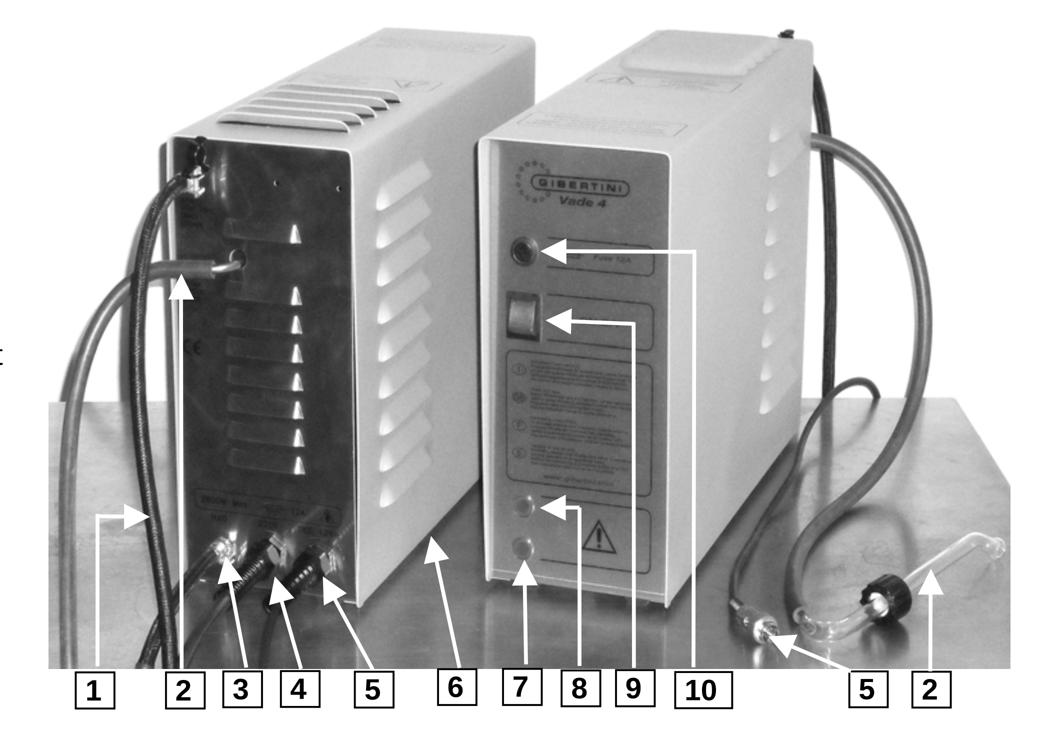


Fig. 13

7.2 Preliminary operations

Switch ON the VADE by means of the ON/OFF switch (Fig. 13 - n. 9) and wait 30 seconds.
It is advisable to switch OFF the VADE-4 if this doesn’t use for many hours.
Lower the plexiglas screen and close the distillation chamber with the sealing bung.
The distillation chamber must be empty and clean.
Press START and let the VADE-4 work for a few minutes in order to reach the steady state temperature. This operation must be performed whenever more than 10 minutes elapse between one distillation and the following one in order to eliminate of the condensed water along the tubes.

WARNING! - The CO_2 concentration must be checked at least once a day and also whenever the water is changed or added to the feeding tank. Proceed as follows:

- place a conical flask on the DEE balance (without the additional mass). Pour into the distillation chamber 20 ml of bidistilled water, the same used to feed the VADE-4.
- Lower the plexiglas shield, close the distillation chamber and press the START push button.
- The distillation stops automatically as soon as about 250 ml of distilled liquid have been collected.
- Add to the distillate a few drops of phenolphthalein at 1 % dilution and 0.1 ml of NaOH 0.1 N.

The liquid must keep a stable pink colour for at least 10 sec.
If this condition is not met the water must be decarbonised and/or the column must be cleaned.

7.3 Determination of volatile acidity

Pour into the distillation chamber 20 ml wine free CO_2
It is necessary (for example if the wine has a fixed acidity less than 6 g/l) to add 1 ml tartaric acid 50 %. Check expiry date.
Lower the plexiglas shield, close the distillation chamber.
Insert a conical flask on the balance, without masse and press START push button .
The distillation stops automatically as soon as about 250 ml of distilled liquid have been collected. The time of distillation is about 6 minutes
At the end of the distillation, add to the distillate a few drops of phenolphthalein at 1 % and titrate with NaOH 0,1 N until the appearance of a pink colour stable for at least 10 seconds.

Gross volatile acidity = **n** x 0,3 (were **n** are the millilitres of NaOH used)

In order to obtain the correct value of volatile acidity, it is necessary to determine the amount of sulphur dioxide present in the distillate, which quantity must be subtracted from the gross volatile acidity.

7.4 Determination of sulphur dioxide (SO2)

Add to already titrated distillate a few drops of sulphuric acid solution diluted 1:4 and about 5 ml of starch past 1%. The solution will become colourless.

Titrate the free sulphur dioxide with I_2 N/100 until the solution turns blue (millilitres used **= n'**).

Now make the solution alkaline by adding 20 ml of saturated sodium borate solution. The solution will turn pink .

Titrate with I_2 N/100 until the appearance of the blue colour (millilitres used **= n''**).

Subtract from ml of NaOH 0,1 N (**n**) a quantity equivalent to $\frac{n'}{10} + \frac{n''}{20} = n'''$

Correct volatile acidity = (**n** – **n’’’**) x 0,3 (g/l of acetic acid)

Using the automatic enological analyser QUICK, produced by Gibertini Elettronica, the titration of the distillate for the determination of volatile acidity, whether gross or correct, is automatic.

7.5 Comparison with other acidometers

In the event that the results obtained with this system of distillation are compared with other instruments it is absolutely essential to start from the same initial volume (20 ml) and to collect the same final volume (250 ml)
Otherwise the results are not comparable. It must also be kept in mind that the distillation with DEE and VADE-4 is more rapid than other and consequently more sulphur dioxide (SO_2) tends to pass into the distillate.
So there will be a larger quantity to subtract in order to obtain the correct volatile acidity.

7.6 Distillation for determination of ASV (Alcoholic Strength by Volume)

To pass to the distillation for the determination ASV, disconnect the “VOLATILE” key. Unscrew the glass nozzle from the distillation chamber and re-close with the black plug without to force.

WARNING! On the front panel of VADE-4 there are two warning lights with the danger signal (Fig. 13 - n.8 and 8).
When the VADE-4 is working the warning lights must be normally switch off.
In case of lighting it is necessary go on in this way :
Control the water of supply of the VADE-4.
The failing of water can cause a excessive overheating.
Push, with a point, the buttons placed under the instrument (Fig. 13 - n. 6).
Continue to use the VADE-4 pay attention that the warning lights don't switch on again.
If this problem repeat again, call the SAT (Service) Gibertini.

8. MAINTENANCE

8.1 Distillation chamber

After each distillation the distillation chamber must be washed with water to prevent contamination of the successive sample.
Periodically clean the distillation chamber introducing approximately 500 ml of distilled or demineralised water and approximately 20 ml of sodium chloride NaCl 1% solution. Remove the glass nozzle and start the distillation in alcohol (without start the function VOLATILE).
To remove deposits or incrustations that the samples can have left on the electrodes and/or on the glass can be done in the two following ways:

1- Pour into the distillation chamber a dilute solution of HCl 0,1N. Await some hour and eventually use a tube-brush to clean the chamber.
2- Introduce into the distillation chamber the solution B, supplied with the instrument, in sufficient quantity to cover the incrustations. Also in this case to await some hour and use eventually a tube-brush.

In any case rinse always accurately the distillation chamber before reuse the instrument.
WARNING! Don't press the START button when into the distillation chamber there is a cleaning solution. For more safety remove the power socket from the main.

8.2 Electrodes

The electrodes, with the use, stretch to be consumed and therefore must be replaced in order to maintain an effective distillation. It is difficult to predict the frequency of replacement because it will depend upon total usage and type of sample (approximately 2000 tests).

8.3 Column

During the normal use of the DEE, the column doesn't require a particular cleanness.
However, if the column is contaminated by acid residues (for example if the distillate in steam flow doesn't respect the requisites of the point 1 for the volatile acidity, as indicated in the page 3), it is necessary to clean it in this way :

- fill the distillation chamber with about 500 ml of distilled water and 20 m of sodium chloride NaCl 1 % solution. Start distillation in alcohol MODE (VOLATILE key disable).

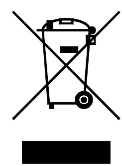
It is not necessary to collect the distillate. Stop the distillation holding pressed toward the balance for some second .

8.4 Glass nozzle

If the glass nozzle is incrusted, it is possible to clean in this way :

- move back the black plug with hole and the gaskets to the rubber tube
- insert the glass part in a cylinder filled by cleaning solution for nozzle (solution B)
- leave plunged for some hour and successively wash the nozzle plunging it in water.

9. DISPOSAL – INFORMATION FOR USERS



According to the 2002/95/CE, 2002/96/CE and 2003/108/CE Directives, concerning the reduction in the use of hazardous substances in electrical and electronic apparatus, as well as the disposal of waste materials.

The symbol of a crossed box applied on the apparatus or on the packaging indicates that the product must be collected separately from other waste materials at the end of its useful life.
The separate waste collection of the apparatus which has reached the end of its useful life is organised and managed by the producer. The user who desires to get rid of present apparatus must therefore contact the seller and follow the given instructions.
Suitable separate waste collection for future sending of the disused apparatus for recycling, treatment and environmentally friendly disposal, contributes towards preventing any possible negative effects on the environment and on health and encourages the reuse and recycling of the materials the apparatus is made of.
Unauthorised disposal of the product by the user will lead to payment of the administrative sanctions in force in the country were it is put on the market.

INDEX

Toutes les informations mentionnées dans ce manuel sont celles disponibles au moment de l'impression.
Le fabricant se réserve le droit d'apporter des modifications au produit, à tout moment sans préavis.
Il est conseillé de vérifier s'il y a des mises à jour.

1. AVERTISSEMENTS IMPORTANTS

N.B.: CES AVERTISSEMENTS SONT PARTIE INTEGRANTE DE L'APPAREIL.

TOUS NOS INSTRUMENTS SONT DESTINES EXCLUSIVEMENT A UN USAGE SCIENTIFIQUE ET/OU POUR LE CONTROLE INTERNE DE LA FABRICATION.
CET INSTRUMENT NE DOIT PAS ETRE UTILISE DANS UN LIEU AVEC RISQUE D'EXPLOSION.
TOUS NOS INSTRUMENTS SONT FABRIQUEES SELON LA DIRECTIVE CEE 2004/108 QUI SE REFERE A LA COMPATIBILITE ELECTROMAGNETIQUE.

Pour obtenir un fonctionnement correct de l'instrument il est indispensable d'opérer comme suit:

1- Suivre attentivement les instructions techniques reportées dans la notice d'emploi en ce qui concerne l'installation et les opérations de mesures. Une mauvaise exécution des instructions pourrait compromettre l'exactitude des résultats. En cas de doute, veuillez consulter notre technicien.
2- Adopter toutes les précautions nécessaires pour l'installation et la mise sous tension d'un instrument électrique. En particulier:
   - pourvoir l'instrument d'un système de prise de terre appropriée;
   - ne pas installer l'appareil dans une pièce qui présente des risques d'incendie, ou d'explosion (présence de vapeur ou de gaz inflammables);
   - ne pas toucher avec les mains mouillées;
   - débrancher le courant avant d'ouvrir n'importe quel partie de l'appareil.
3- Installer l'instrument sur un support solide, sans vibration, loin de ventilations excessives ou de sources de chaleur ou de froid intense. En cas de déplacement après mise en service, faire contrôler l'appareil par une personne qualifiée.
4- Afin d'éviter des chutes de tension qui pourraient compromettre la précision des résultats, il faudra éviter de brancher sur la même ligne d'installation d'autres appareils nécessitant une trop forte puissance électrique.
5- Faire contrôler tous les 6 mois le fonctionnement et la calibrage de l'instrument, y compris les éventuelles masses internes, par une personne qualifiée.
6- Contrôler la calibrage de l'instrument au début des opérations et au moins une fois par jour avec des étalons de référence appropriés, possiblement certifiées.
7- Contrôler avant toute autre opération si il y a bien eu remise à zéro de l'appareil .
8- En case de doute sur le fonctionnement correct de l'appareil, appeler tout de suite un technicien qualifié. Eviter les interventions impropres de personnes non expertes.
9- Si l'instrument doit être employé pour le pesage ou l'analyse de substances alimentaires ou pour des produits destinés à entrer en contact avec des aliments, ne pas l'utiliser pour l'examen de substances diverses qui pourraient donner lieu à des contaminations sur les aliments.
10- Si l'appareil vient à être employé pour le pesage ou l'analyse de substances chimiques ou similaires nettoyer d'abord parfaitement les résidus d'autre produits, de façon à éviter les réactions dangereuses.
11- Eviter dans chaque cas de laisser résidus de substances sur l'appareil, tant de manière à garantir la validité des résultats des opérations successives, que pour ne pas dommage cet instrument.
12- Toute mauvaise manipulation de l'instrument ou d'une partie accessoire annulerait la responsabilité civile de la société Gibertini Elettronica S.r.l..

AVERTISSEMENTS POUR LES PESAGES OU LES ANALYSES QUI NECESSITENT D'UNE PRECISION PARTICULIERE

Les instruments Gibertini sont des appareils de précision. Cependant, il est tout à fait possible que des conditions d'environnement ou des erreurs d'installation et de changement de place diminuent le degré de précision. Dans les cas ou une extrême précision est requise (par exemple pour les dosages chimiques et pharmaceutiques), il est conseillé de:
- utiliser les appareils qui viennent d'être contrôlés et particulièrement les appareils de fabrication récente (c'est a dire 3 ans au maximum);
- contrôler la calibrage de l'appareil avant toute opération;
- effectuer la mesure au moins deux fois;
- dans le cas ou une éventuelle erreur pourrait avoir des conséquences graves, prendre la précaution d'effectuer la mesure sur un deuxième appareil ou se dotant des étalons de référence calibrées ou reconnues certifiées par les laboratoires agrées.

2. SPÉCIFICITÉS

1.1 Description générale

Appareil de distillation automatique des vins, spiritueux et bières, pour déterminer le degré alcoolique et l'acidité volatile avec le VADE.
L'échantillon à analyser (100 ou 200 ml) est introduit dans l'ampoule de distillation; les réactifs sont ajoutés pour neutraliser celui-ci, et pour rendre la solution conductrice, et permettre ainsi, une mise en route rapide de la distillation.
Le distillat est collecté dans une fiole jaugée, montée sur le bras d'une balance, qui arrête la distillation lorsque le poids désiré est atteint.
Pour l'acidité volatile le distillat est collecté dans une fiole conique de 300 ml
L'appareil à distiller peut être utilisé pour la détermination des autres paramètres analytiques des vins (pour exemple acide sorbique, anhydride sulfureux total). Pour autres notices voir le livre "Analysis methods of wines and alcoholic beverages – Gibertini édition courant".
L'appareil à distiller a un dispositif écologique pour la réduction de la consommation d'eau de la réfrigération : Il y a le passage d'eau dans le réfrigérant seulement pendant la distillation.
L'appareil à distiller et le VADE-4 sont construits en conformité à les directives CEE 2006/42 et CEE 85/375 pour la protection des analystes.
Les appareil sont aussi en conformité à la directive CEE 2004/108 (compatibilité electromagnetique).

2.2 Comparaison des méthodes d'Analyse

Aussi bien pour le titre alcoolométrique volumique (DEE) que pour l'acidité volatile (DEE avec VADE-4), les instruments sont conformes aux méthodes d'analyse OIV, comme prescrit par le Règlement CEE n. 606/2009.

2.2.1 Titre alcoolométrique volumique (TAV)

Pour les vins le règlement en vigueur prévoit l'utilisation des appareils à distiller ou d'extraction à courant de vapeur d'eau à condition qu'ils satisfais la suivant essai:

- Distiller 5 fois de suite une mélange hydroalcoolique au 10 %vol. Après la dernière distillation, le distillat doit présenter un titre alcoolométrique volumique au moins de 9,9 %vol, c'est–à-dire, pendant chaque distillation la perte de la quantité d'alcool ne doit être supérieur à 0,02 %vol.

2.2.2 Acidité volatile

Le Règlement CEE ne prescrit pas un type unique d'appareil à distiller, mais affirme que l'appareils ou la techniques que satisfait les 3 suivants conditions requises costitue un appareil ou une technique officielle internationale.

1. Le vapeur d'eau produit par le VADE-4 doit être exempt de CO_2.
   Distiller 20 ml d'eau et recueillir 250 ml de distillat. Additionner 0,1 ml di NaOH 0,1 N et 2 gouttes de phénolphtaléine all'1 % en alcool: le couleur doit rester rose stable pour au moins 10 seconds.
2. Le 99,5 % du acide acétique contenu dans une solution 0,1 M doit se retrouver dans le distillat.
   Distiller 20 ml d'acide acétique 0,1 M. Recueillir 250 ml de distillat et titrer avec au moins 19,9 ml di NaOH 0,1 N.
3. On retrouve dans le distillat au maximum 0,5 % d'une solution 1 M d'acide lactique.
   Distiller 20 ml d'une solution 1 M d'acide lactique, recueillir 250 ml de distillat et titrer avec au maximum 1,0 ml di NaOH 0,1 N.

2.3 Branchement électrique

Voltage	:	220 V -10 % / + 15 % - 50 Hz	
Absorption	:	3300 W max	(DEE)
		2600 W	(VADE-4)

L'appareil doit être branché à une prise avec fusibles incorporés, avec une prise de terre efficace.

2.4 Arrivée d'eau

Pression minimale:	2 bars
Débit:	5 litres/minute
Température:	max 20 °C

2.5 Dimensions et poids

DEE PV	L280 x P460 x H1000 mm	25 kg
VADE-4	L140 x P405 x H307 mm	10 kg

3. DEBALLAGE

Déballer les cartons avec précaution et poser l'appareil sur un support. Identifier les boîtes contenant les réactifs, les fioles et les divers éléments.
Une vérification visuelle doit être faite pour toutes les pièces et pour éventuellement déceler le moindre dommage; auquel cas faire les réserves d'usage au transporteur et en avertir le vendeur dans un délai de trois jours.

3.1 Accessoires

3.1.1 Verrerie

3 x 100 fioles volumétriques avec bouchon
1 x 200 fiole volumétrique avec bouchon
2 x 300 ml fioles coniques avec bouchon
1 x 500 ml pissette
1 x 100 ml flacon compte-goutte
3 pipettes en plastique compte-goutte

3.1.2 Réactif

Eau distillée
1 x 500 ml oxyde de calcium CaO suspension 12%
1 x 250 ml acide tartrique 50 %
1 x 100 ml anti-mousse au silicone concentré
1 x 500 ml solution pour liqueurs
1 x 500 ml solution pour nettoyage (solution B)

3.1.3 Installation

1 tube d'arrivée d'eau avec collier de fixation
1 tube d'écoulement avec collier de fixation

ATTENTION:
Les fioles volumétriques sont étalonnées et interchangeables en masse, no en volume.
La capacité des fioles est indiquée seulement avec 100 et 200, non en millilitres.
Afin de la détermination du TAV (Titre alcoolométrique volumique) est nécessaire la répétitivité de la quantité prélevée avant la distillation et celle-là du distillat.

3.2 Description

1) Cable 220 V + fusibles de terre 16 A
2) Arroseur pour le rinçage de l'ampoule de distillation
3) Robinet d'alimentation pour l'ampoule de distillation
4) Electrodes
5) Arroseur d'eau distillée
6) Lumière d'avertissement pour l'ouverture du robinet d'alimentation
7) Bouchon d'étanchéité de ampoule (en caoutchouc)
8) Fermoir manuel du bouchon d'étanchéité
9) Couvercle plexiglas
10) Touche START
11) Indicateur START
12) Indicateur d'eau
13) Indicateur ANALYSE VOLATILE
14) Touche VOLATILE
16) Touche OFF/ON avec indicateur
18) Ampoule de distillation
19) Masse cylindrique à utiliser pour une fiole de 100 ml
20) Tube de distillat
21) Balance de précision

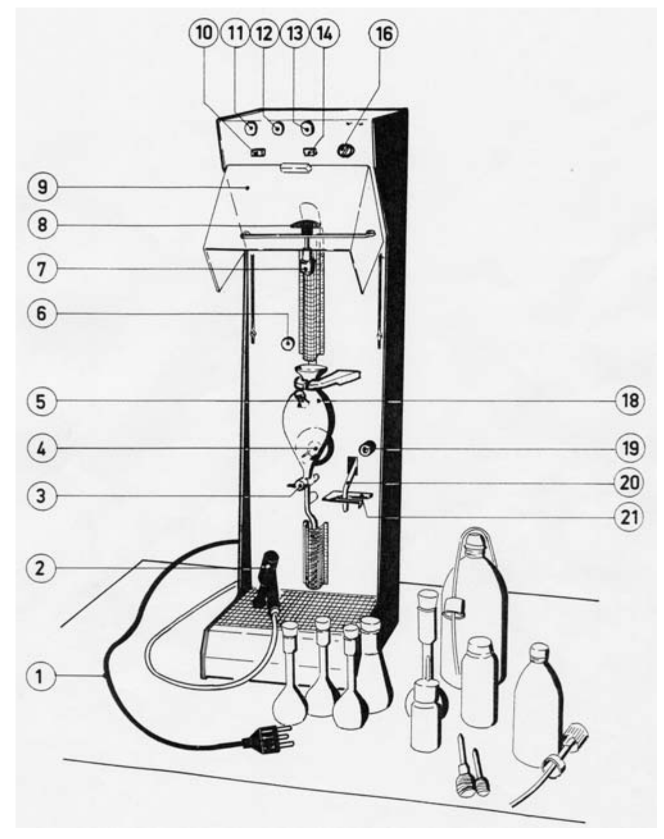



Fig. 1

1) Alimentation du courant
22) Fixation du panneau arrière
23) Panneau arrière
24) Régulateur de pression et de flux
25) Connecteur d'alimentation d'eau
26) Tube d'évacuation
27) Connecteur pour VADE-4

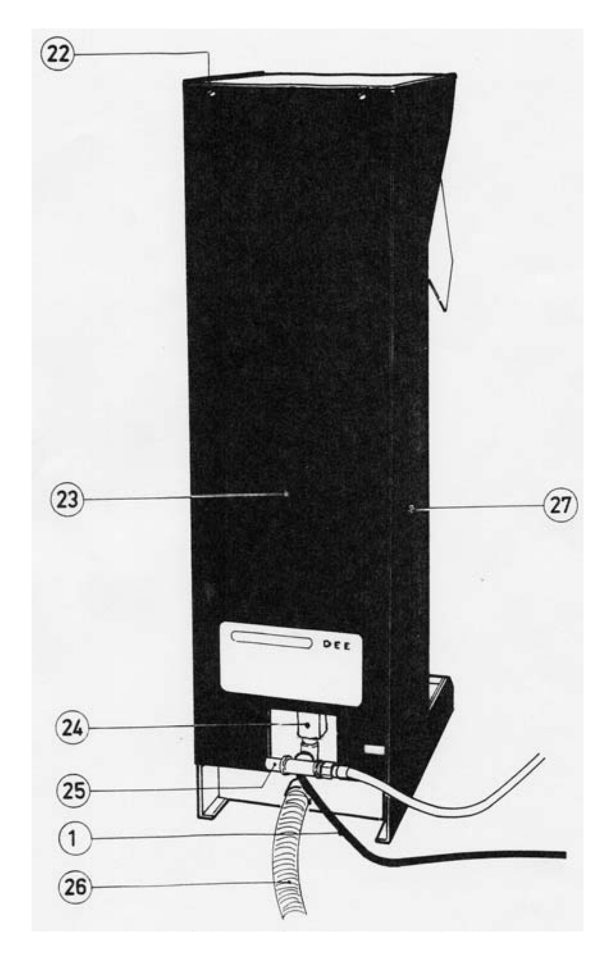


Fig. 2

4. INSTALLATION

Enlever les vis (Fig. 2 - n. 22) du panneau arrière de l'appareil et la mousse qui protége la verrerie pendant le transport.

Dévisser complètement la vis rouge qui bloque la balance (Fig. 3).

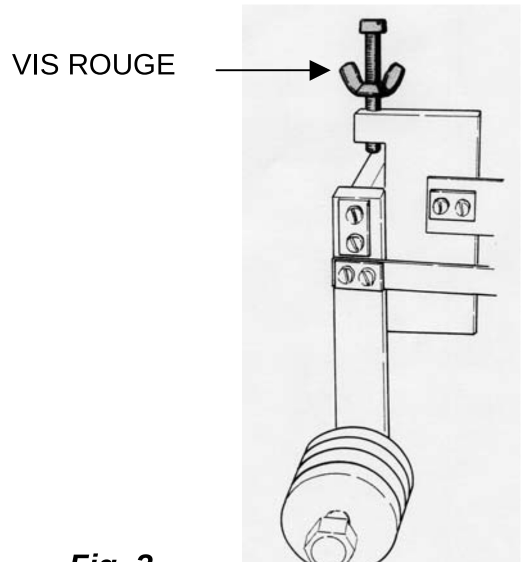


Fig. 3

Fixer le gros tuyau spiralé noir, à l'aide du collier de serrage, au tuyau d'évacuation d'eau en acier inoxydable du distillateur (Fig. 4).
Fixer le tube d'arrivée d'eau sur l'appareil en utilisant le tube en PVC. translucide et attacher le avec un collier (Fig. 4).

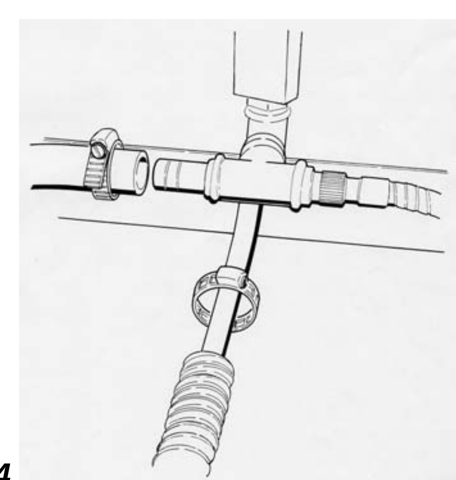


Fig. 4

Mettre le panneau arrière et connecter le câble électrique à un prise de courant protégée par un fusible.

Tourner l'interrupteur ON/OFF sur le panneau de contrôle (Fig. 5) et ouvrir le robinet général d'alimentation de l'eau..
L'indicateur d'eau sur le devant du panneau s'éclaire.
Remarque: si l'indicateur d'eau ne s'éclaire pas, le cycle de distillation ne peut pas être mis en route.

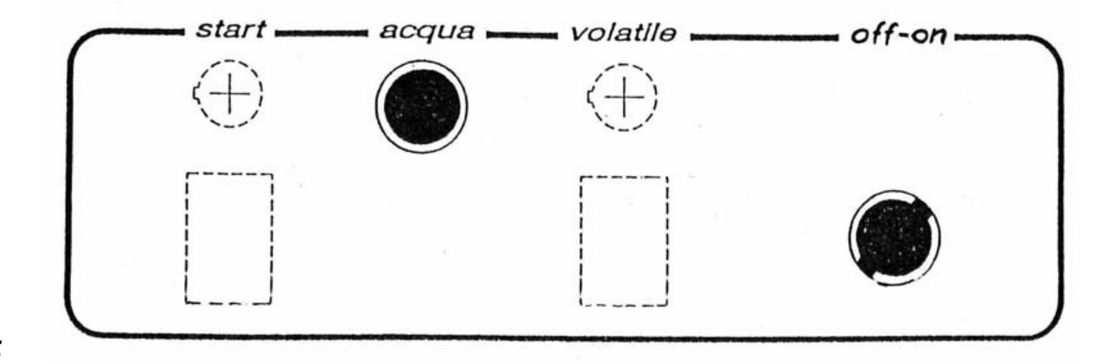


Fig. 5

5. DISTILLATION POUR L'ALCOOL (TAV)

5.1 Distillation

Vérifier que le robinet d'évacuation de l'ampoule de distillation est bien fermé (lumière d'avertissement éteinte) (Fig. 6).

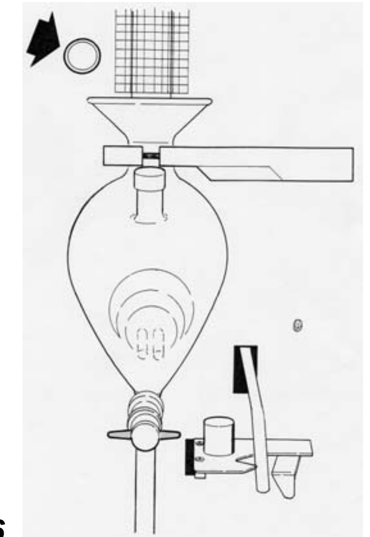


Fig. 6

Rincer une fiole propre de 100 ml avec l'échantillon à analyser et remplir avec précision la fiole avec le vin ou le spiritueux à tester.(Fig. 7)
Le niveau doit être à la marque du ménisque.
Pour les bières et les vins mousseux, une opération de dégazage doit être effectuée préalablement.
De même, pour certains échantillons avec un taux de sucre élevé, une dilution peut être nécessaire.

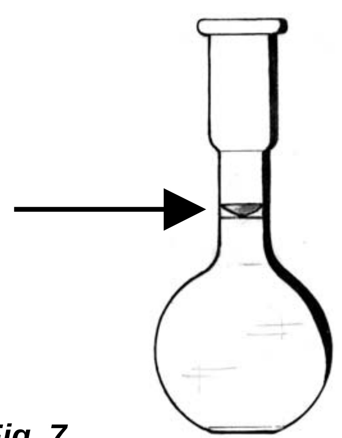


Fig. 7

Verser doucement le contenu de la fiole dans l'ampoule de distillation et utiliser l'eau distillée pour nettoyer les parois de la fiole. Utiliser à peu près 20 ml d'eau (Fig. 8).

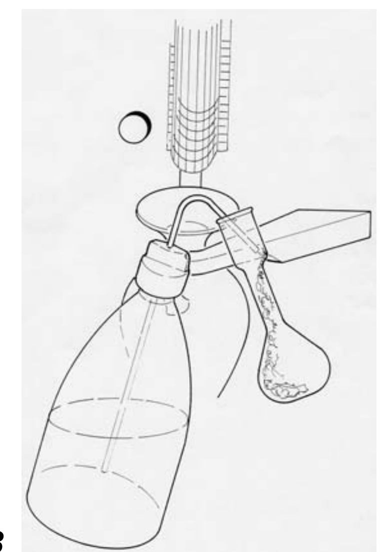


Fig. 8

Placer la fiole sur le bras de la balance avec la masse cylindrique ("100 ml") sur le support hexagonal (Fig. 9).
Pour éviter pertes d'alcool, il est conseillé introduire dans la fiole à peu près 2 ml d'eau distillée froide.

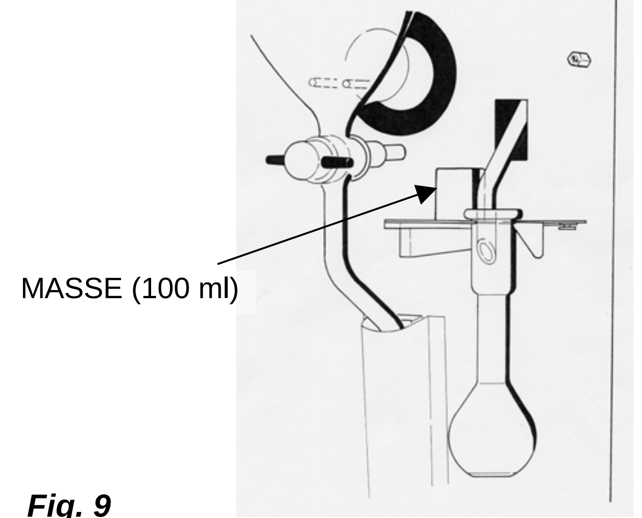


Fig. 9

Ajouter les réactifs nécessaires à la distillation: pour les vins 5-10 ml d'oxyde de calcium (max 10 ml) et 5-10 gouttes d'anti-mousse .

L'alcalinisation de l'échantillon avec l'addition d'oxyde de calcium est nécessaire pour éviter le passage dans le distillat des substances volatiles (acide acétique, anhydride sulfureux, aldéhydes, ecc.) lesquelles interféraient sur la densité.
Le but est obtenir un distillat plus possible semblable à une solution hydroalcoolique, soit une mélange alcool-eau.
Pour contrôler si la quantité d'oxyde de calcium est suffisant, soit que l'échantillon ait rejoint un valeur près de 7,5 pH, il est utile employer des papiers à la phénol phtaléine; à vue, aussi bien, on obtenait le virage des substances colorantes d'échantillon pour l'effet de l'alcalinité.

Baisser le couvercle en plexiglas et fermer l'ampoule de distillation avec le bouchon approprié. Si ce couvercle n'est pas rabaissé la distillation ne se met pas en route (Fig. 10).

ATTENTION: il est nécessaire de visser complètement le bouton du bouchon pour garantir une parfaite fermeture de la chambre de distillation.

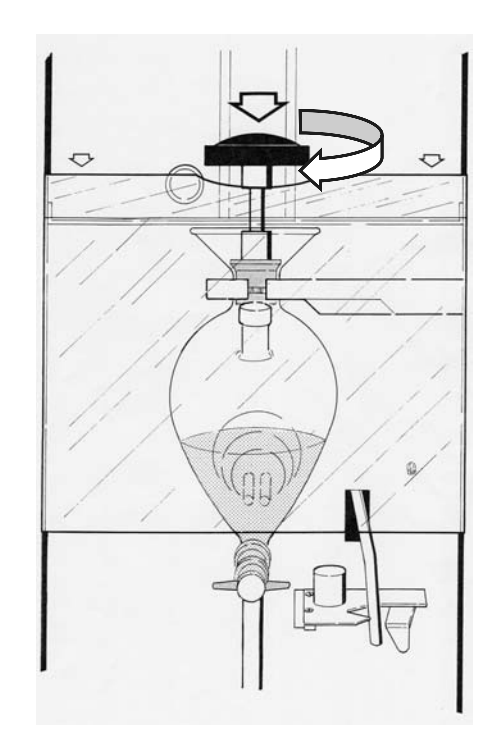
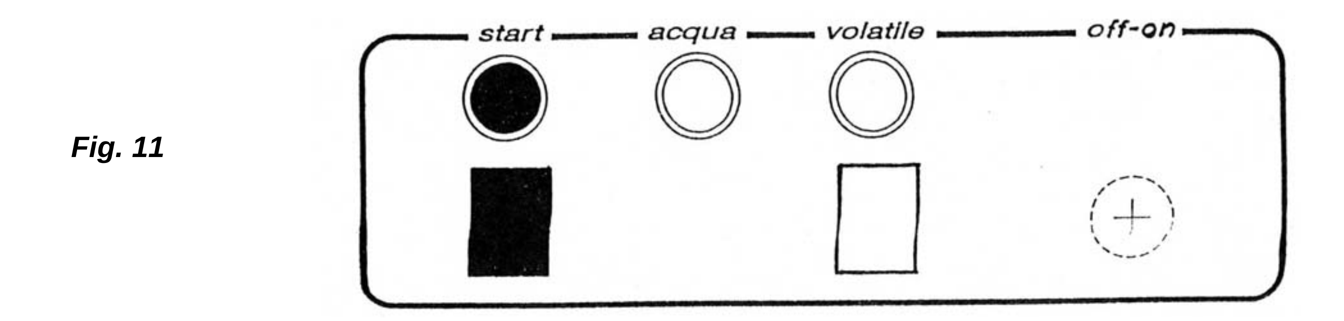


Fig. 10

Si on utilise 200 ml d'échantillon, utiliser la masse cylindrique avec l'indication "200 ml".
Il faut en outre doubler la quantité des réactifs ajoutés a l' échantillon.

Appuyer sur l'interrupteur START (Fig. 11): l'indicateur s'éclaire. Le processus de la distillation commence.

Fig. 11



On recueille le distillat dans une fiole de 100 ml. Le poids du distillat recueilli peut être changé en agissant sur les masses de la balance à l'intérieur de l'appareil.
Pour une utilisation normale 80 ml devraient être collectés sans jamais excéder 100 ml. Lorsque 80 ml environ de distillat sont obtenus alors le DEE stoppe automatiquement.
Attendre quelques minutes car la température du distillat doit être la même que celle de l'échantillon avant la distillation.
Entre le prélèvement et le report à volume est permis un maximum écartement de ± 2 °C.
Ajouter de l'eau distillée exactement jusqu'à la marque (100 ml).
L'échantillon est alors prêt pour l'analyse par densimétrie

5.2 Nettoyage

Enlever le bouchon en caoutchouc de l'ampoule de distillation et soulever le plexiglas de sécurité.
Ouvrir le robinet d'évacuation, laver l'ampoule de distillation avec la douchette et, lorsque l'eau est complètement évacuée, fermer le robinet d'évacuation (Fig. 12). L'appareil est alors prêt pour une autre utilisation.

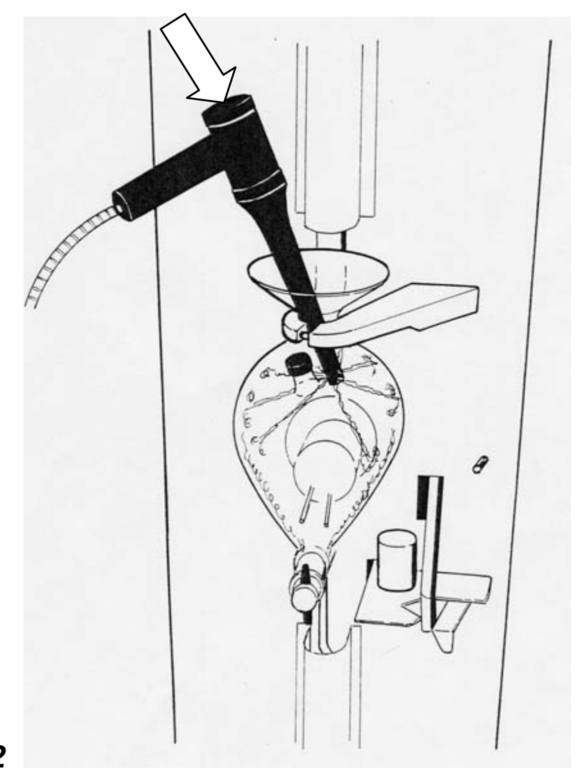


Fig. 12

6. PROCEDURE DE DISTILLATION POUR SPIRITUEUX

Les spiritueux présentent des caractéristiques différents de quelles des vins:

- valeurs du TAV jusqu'à 70%
- composition variable

Bien sûr ils y ont spiritueux avec les plus variées compositions : des crèmes whisky aux crèmes de fruits, liqueurs très saccharins comme vodkas de fruits ou limoncelli, liqueurs avec extraits de plantes aromatisants ou de racines, ou encore boissons avec l'œuf ou le café.
En outre, pour l'élevé degré alcoolique il faut effectuer :

- une distillation plus lente pour garantir le complet passage de l'alcool ;
- la récolte d'un plus grand volume de distillat (à peu près 95 ml).

Il est difficile penser à un méthode de distillation commun à tous les types des spiritueux car les plusieurs ingrédients beaucoup de fois interférent différemment pendant la distillation, de façon à empêcher le complet passage de l'alcool.
De suite on indique une procédure pour les spiritueux qui permette d'effectuer une bonne distillation dans temps courts, sans un excès de mousse, de façon à obtenir un distillat limpide; méthode spécifique sont au paragraphe suivant.

	Procédure de distillation	*Observations*
1)	verser l'échantillon jusqu'à la marque de la fiole volumétrique[5]	On conseille de conserver la température d'échantillon à 20 °C. On peut aussi opérer à chambré: entre le prélèvement et le report à volume est permis un maximum écartement de ± 2 °C.
2)	verser le contenu dans l'ampoule de distillation	
3)	nettoyer la fiole 3 fois avec à peu près 10 ml d'eau distillée	
4)	ajouter la "**solution pour liqueurs**" : solution 1:1 NaCl 1% et 12% $[KAl(SO_4)_2]$	Le but est augmenter la conductivité de l'échantillon et retenir les substances aromatiques.
5)	ajouter quelques ml de anti-mousse[6]	L'ajout empêches la formation de mousses que empêcheraient le normal passage des vapeurs d'alcool
6)	ajouter à peu près 2 ml d'eau distillée froide dans la même fiole utilisée pour la mesure d'échantillon. Recueillir ≈ 95 ml du distillat.	On peut régler la quantité du distillat par le "pivot des masses", que déterminent le **stop automatique** (Fig. 8)
7)	Porter à volume avec l'eau distillée et vérifier que la température du distillat soit de 20°C ou la même que celle de l'échantillon avant la distillation (voir les observations au point 1)	On conseille l'emploi d'un bain thermostatique
8)	boucher et mélanger avec beaucoup de précaution. Il ne doit pas avoir des bulles d'air.	

Pour les eau-de-vie le méthode est le même des vins avec l'avertissement d'ajouter une quantité plus petit d' oxyde de calcium : à cause de la basse acidité des ces produits, sont suffisants 1-2 ml.
Dans le cas de degrés alcooliques supérieur au 50% vol est conseillable diluer le produit 1:2.

[5] Les fioles volumétriques sont étalonnées et interchangeables en masse, no en volume.
Rappeler que nos fioles explicitement n'indiquent pas ml, mais seulement 100 - 200.
Bien sûr, nous ne prélevons pas 100 ml, mais une quantité que l'on peut répéter. Ensuite la soin en ml n'est pas nécessaire.
[6] Voi note précédente

Exemple:

remplir une fiole de 50 ml (class “A”) et verser dans l'ampoule de distillation l’échantillon. Après avoir rincer la fiole, ajouter à peu près 50 ml d’eau avec les réactifs nécessaire à la distillation (voir “Exemples” de la table).
Le distillat doit être recueilli dans une fiole de 100 ml (class “A”).
Attendre quelques minutes car la température du distillat doit être la même que celle de l’échantillon avant la distillation. Ajouter de l'eau distillée exactement jusqu'à 100 ml.
L'échantillon est alors prêt pour l'analyse par densimétrie.
Multiplier par 2 la valeur obtenue en % V/V.

EXEMPLES

ECHANTILLON	***INGREDIENTS***	***PROCEDURE D.E.E.***	***%vol D.E.E.***	***Déclaré***
Liqueur type Strega	Alcool hydraté, sucre, arômes naturels, safran	100 ml +1.5 ml anti-mousse +3 ml solution pour liqueurs	40.37	40
Créme de Citron	Eau, sucre, infusion de citron, lait, crème, alcool, sirop de glucose	100 ml +12 ml anti-mousse	22.05	22
Eau de vie de framboises	Eau de vie, jus de framboises, sucre, arômes naturels	100 ml +1.5 ml anti-mousse +3 ml solution pour liqueurs	32.02	32
Limoncello	Alcool, sucre, infusion d’écorce de citron, arômes naturels	100 ml + 3 ml anti-mousse +10 ml oxyde de calcium	30.29	30
Crème Whisky	Crème du lait, sucre, Whisky, eau, arômes naturels	100 ml +15 ml anti-mousse	14.71	15
Eau de vie	arômes naturels	100 ml +5 gouttes anti-mousse +3 ml solution pour liqueurs	40.12	40
Pina Colada	sucre, alcool, crème, rhum, lait, arômes	100 ml + 9 ml anti-mousse	16.80	17
China Martini	sucre, alcool, arômes, colorant: caramel; acidifiant: acide citrique	100 ml +15 ml anti-mousse + 10 ml oxyde de calcium	31.00	31
Vermuth Bianc	Vin, sucre, alcool, arôme	100 ml +1.5 ml anti-mousse + 5 ml oxyde de calcium	16.06	16
Anisette	Alcool, sucre, arômes naturels	100 ml +1.5 ml anti-mousse + 5 ml solution pour liqueurs	40.02	40
Liqueur au café	sucre, alcool, café, arômes naturels	100 ml + 12 ml anti-mousse	32.89	33
Cherry	Alcool, sucre, jus de marasques, arômes naturels	100 ml +1.5 ml anti-mousse + 5 ml solution pour liqueurs	30.03	30
Tequila	Distillat de agave techilana	100 ml +1.5 ml anti-mousse + 2 ml solution pour liqueurs	38.14	38

ECHANTILLON	***INGREDIENTS***	***PROCEDURE D.E.E.***	***%vol D.E.E.***	***Déclaré***
Pastis	Alcool, sucre, $2^{0}/_{00}$ anéthol, infusions de substances végétales, arômes naturels	100 ml +1.5 ml anti-mousse + 5 ml solution pour liqueurs	44.76	45
Vodka à la banane	vodka, sucre, jus de banane, arômes	100 ml +1.5 ml anti-mousse + 3 ml solution pour liqueurs	25.17	25
Brandy	Alcool hydraté, Brandy, arômes naturels, colorant: caramel	100 ml + 3 ml anti-mousse + 2 ml solution pour liqueurs	36.07	36
Liqueur au chocolat et menthe	Lait, sucre, crème, sirop de glucose, alcool, protéines du lait, infusion de cacao, arômes, colorant: caramel	100 ml + 12 ml anti-mousse	16.06	16
Cachaca	Distillat de canne à sucre	100 ml + 3 ml anti-mousse + 3 ml solution pour liqueurs	43.66	43
Amaretto (alcoolate pour emploi exclusif de pâtisserie)	Alcool, caramel, arômes	25 ml + 75 ml eau distillée (100 ml de distillat) + 3 ml anti-mousse + 3 ml solution pour liqueurs	value % vol $\times$ 4 = 70.00	70
Sake	Distillat du riz	100 ml + 1 ml anti-mousse + 10 ml solution pour liqueurs	15.85	16
Sambuca	Alcool, sucres, anis, arômes naturels	100 ml + 5 ml anti-mousse + 8 ml solution pour liqueurs	39.86	40
Cointreau	Alcool, sucres, arômes d'orange	100 ml + 5 ml a anti-mousse + 7 ml solution pour liqueurs	39.81	40

Les exemples de la table sont indicatives et ils ne peuvent pas être exhaustives.
Les différences vérifiées pour quelques échantillons, entre les valeurs expérimentales et les valeurs déclarés sur l'étiquette sont dans la tolérance prévue par l'actuelle législation (0,3 % vol sur le TAV déclaré).
Pour autres renseignement, s'adresse au livre "Méthode d'analyse des vins et des spiritueux " Gibertini – Edition courante.

7. ACIDITE VOLATILE AVEC VADE-4

7.1 Installation

Placer le VADE-4 à la gauche du DEE et effectuer le liaison entre les deux instruments avec le câble (Fig. 13 - n. 5). Connecter les deux instruments à deux prises séparées (220 V – 15 A).
Introduire l'injecteur de verre (Fig. 13 - n. 2) dans le trou sur l'ampoule.
La pointe doit être dans le milieu des deux électrodes.
Visser bien mais ne forcer pas.
Introduire le tube de "mise à l'air" dans un décharge ou dans une bouteille vide (à la fin de chaque distillation on a momentané fuite de vapeur).

Introduire le tube d'alimentation d'eau (Fig. 13 - n. 3) dans un récipient avec de l'eau bidistillée et aussi bien **exempt de CO_2**.
Appuyer la touche VOLATILE sur le panneau du DEE (Fig. 13 - n. 11).

1) Tube de mise à l'air
2) Injecteur de verre
3) Tube d'alimentation d'eau
4) Cable d'alimentation 220V
5) Raccordement au DEE
6) Bouton de réinitialisation
7) Voyant d'alarme du vaporisateur
8) Voyant d'alarme du réchauffeur
9) Interrupteur OFF/ON
10) Fusible

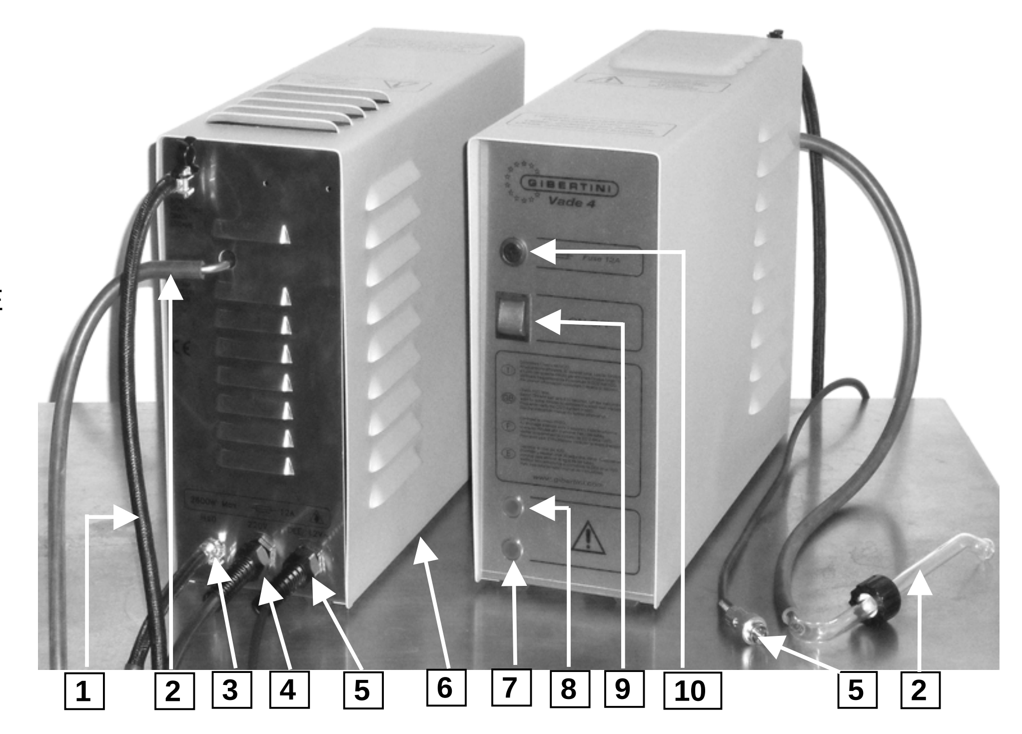


Fig. 13

7.2 Opérations préliminaires

Allumer le VADE-4 avec l'interrupteur OFF/ON (Fig. 13 – n. 9) et attendre 30 secondes.
On conseille de ne tenir pas allumé le VADE-4 pour beaucoup des heures de suite sans l'utiliser.
Baisser le couvercle en plexiglas et fermer l'ampoule de distillation vide et propre.
Appuyer la touche START et faire fonctionner le VADE-4 pour quelques minute de façon à atteindre la température de régime. Répéter cette opération quand entre une distillation et l'autre passent plus que 10 minutes de façon à éliminer l'eau condensée dans les tubes.

IMPORTANT! Le teneur de CO_2 doit être contrôlé au moins une fois au jour et aussi bien chaque fois que on change ou on ajoute de l'eau dans le récipient d'alimentation. Procéder avec ce méthode :

- Placer une fiole conique sur le bras de la balance du DEE (sans masse).
- Verser dans l'ampoule 20 ml d'eau bidistillée utilisée pour alimenter le VADE-4.
- Baisser le couvercle en plexiglas et fermer l'ampoule de distillation et appuyer la touche START. La distillation s'arrêt automatiquement après avoir collecté à peu près 250 ml de distillat.
- Ajouter au distillat quelques gouttes de phénol phtaléine 1 % + 0,1 ml de NaOH 0,1 N.

Le liquide doit maintenir la coloration rose stable pour au moins 10 seconds.
Si ceci ne se vérifie pas il faut éliminer la CO_2 de l'eau et/ou nettoyer la colonne.

7.3 Détermination de l'acidité volatile

Verser dans l'ampoule 20 ml de vin sans CO_2. S'il est nécessaire (pour exemple si le vin a une acidité fixe plus petit de 6 g/l) ajouter 1 ml d'acide tartrique 50 %. Contrôler l'échéance. Baisser le couvercle en plexiglas et fermer l'ampoule de distillation. Placer la fiole conique sur le bras de la balance (sans masse cylindrique)) et appuyer la touche START.
La distillation s'arrêt dans le moment que sont collectés 250 ml de distillat.
Le temps de distillation est à peu près 6 minutes.
À la fin de la distillation, ajouter au distillat quelques gouttes de phénol phtaléine 1 % et titrer avec NaOH 0,1 N jusqu'à l'apparition du couleur rose stable pour au moins 10 seconds.

Acidité volatile brut = **n** x 0,3 (où **n** sont les millilitres utilisé de NaOH)

Pour obtenir le valeur de l'acidité volatile correcte est nécessaire procéder à la détermination de l'anhydride sulfureux. Le valeur de l'anhydride sulfureux devra être retranché sur le valeur brut de l'acidité volatile.

7.4 Déduction pour l'anhydride sulfureux (SO2)

Si on ajoute au distillat déjà titré quelques gouttes de acide sulfurique dilué 1:4 et à peu près 5 ml de empois d'amidon 1%. La solution doit revenir incolore.

Titrer l'anhydride sulfureux libre avec I_2 N/100 jusqu'à l'apparition du couleur bleu de l'indicateur (millilitres utilisé = **n'**).

Passer dans le milieu alcalin avec l'ajout de 20 ml de solution saturée de borate de sodium. La solution revient du couleur rose.

Titrer avec I_2 N/100 jusqu'à l'apparition du couleur bleu (millilitres utilisé = **n''**).

Soustraire des ml de NaOH 0,1 N (**n**) une quantité égal que $\frac{n'}{10} + \frac{n''}{20} = n'''$

Acidité volatile correcte = (**n** – **n'''**) x 0,3 (g/l de acide acétique)

<u>La titrage du distillat pour la détermination de l'acidité volatile, soit brut soit correcte, est automatique avec l'analyseur oenologique QUICK produit par la Gibertini Elettronica.</u>

7.5 Comparaison avec les autres acidimètres

Dans le cas que les résultats obtenus avec notre système de distillation viennent comparés à les autres instruments il est très indispensable partir par le même volume initial (20 ml) et recueillir le même volume final (250 ml).
Dans le cas contraire les résultats ne sont pas comparable. Il faut aussi tenir présent que la distillation effectuée par le DEE et le VADE-4 est très rapide par rapport à autres et que conséquemment l'anhydride sulfureux a tendance à passer en plus dans le distillat.
Ensuite, on aura une quote-part plus grand de soustraire pour avoir l'acidité volatile correcte.

7.6 Distillation pour la détermination du TAV (Titre Alcoolométrique Volumique)

Pour passer à la distillation pour le Titre alcoolométrique volumique, débrancher la touche "VOLATILE".
Dévisser l'injecteur de verre de l'ampoule de distillation et fermer avec le bouchon approprié, sans forcer.

ATTENTION!
Sur le panneau antérieur du VADE-4 ils y ont deux lumière d'avertissement avec le signal d'alarme (Fig. 13 - n. 7 et 8).
Pendant le fonctionnement du VADE-4, les lumière d'avertissement sont normalement éteints
Si les lumière d'avertissement s'allument il faut procéder dans la manière suivant :
Contrôler la présence de l'eau d'alimentation du VADE-4. La manque d'eau peut provoquer un surchauffeur excessif.
Appuyer, avec une pointe, les boutons qui se trouvent sous l'instrument. (Fig. 13 - n. 6).
Continuer l'usage du VADE-4 et tenir contrôlé que les lumière d'avertissement ne s'allument pas encore.
Si ceci succède encore il faut consulter le SAT (Service technique) - Gibertini.

8. MAINTENANCE

8.1 Ampoule de distillation

Elle doit être lavée après chaque utilisation afin d'éviter de contaminer l'échantillon suivant.
Périodiquement nettoyer l'ampoule en introduisant environ 500 ml d'eau distillé ou déminéralisé et environ 20 ml de solution de chlorure de sodium NaCl 1 %. Enlever l'injecteur de verre et faire partir la distillation in alcool (sans insérer la fonction VOLATILE).
Pour éliminer les incrustations que les échantillons peuvent laisser sur les électrodes et sur le verre de l'ampoule on peut intervenir dans les deux modalités suivantes:

1- verser dans l'ampoule une solution diluée de HCl 0,1N et attendre quelque heure; utiliser éventuellement un goupillon.
2- introduire dans l'ampoule la solution B, fournie avec le distillateur, en quantité suffisante à couvrir les incrustations. Même dans ce cas attendre quelque heure et utiliser éventuellement un goupillon.

En tout cas rincer toujours soigneusement l'ampoule avant de réutiliser le distillateur.
ATTENTION! Ne pas appuyer sur la touche START quand dans l'ampoule de distillation il y a une solution de nettoyage. Pour majeure sûreté enlever la prise de courant.

8.2 Electrodes

Les électrodes, avec l'usage, tendent à se consommer et donc ils doivent être remplacées. Cependant, il est difficile de prévoir les dates de remplacement car cela dépend de la fréquence d'utilisation et du type d'échantillon analysé (approximativement 2000 tests).

8.3 Colonne

Pendant le normal emploi du DEE, la colonne ne demande pas un nettoyage spécial.
Si toutefois il y ont des motifs pour retenir que la colonne soit contaminé par des résidus acides (pour exemple si le distillat au courant du vapeur ne respecte pas le point 1 des conditions requises pour l'acidité volatile, comme indiqué à la page 3), il faut nettoyer dans la manière suivant:

- remplir l'ampoule de distillation avec environ 500 ml d'eau distillée et environ 20 ml de solution de NaCl 1 %. Démarrer la distillation sans la fonction VOLATILE.

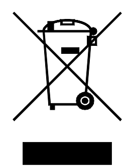
Il n'est pas nécessaire recueillir le distillat. Interrompre la distillation en tenant pressée vers la bas la balance pour quelque seconde.

8.4 Injecteur de verre

Dans le cas que l'injecteur de verre ait des incrustations, il est possible nettoyer celui-ci dans la procédure suivant :

- déplacer en arrière, vers le tube de gomme, le bouchon noir avec le trou et les garnitures
- plonger la partie en verre dans un cylindre rempli avec la solution pour le nettoyage de l'injecteur de verre (solution B)
- laisser plongé pour quelques heurs et successivement rincer l'injecteur de verre dans l'eau.

9. ÉLIMINATION – INFORMATION AUX UTILISATEURS



Selon les directives 2002/95/CE, 2002/96/CE et 2003/108/CE, au sujet de la réduction de l'utilisation des substances dangereuses dans les appareils électriques et électroniques, aussi bien que l'élimination des déchets.

Le symbole d'une boîte croisée appliquée sur l'appareil ou sur l'emballage indique que le produit doit être collecté séparément des autres déchets à la fin de sa vie utile.
La collecte séparée de ce appareil qui a atteint la fin de sa vie utile est géré et organisé par le producteur. L'utilisateur qui désire se débarrasser de l'appareil doit donc contacter le vendeur et suivre les instructions données.
La collecte appropriée des déchets séparée pour le futur envoi de l'appareil hors d'usage pour le recyclage, le traitement et l'élimination environnementalement compatible, contribue à prévenir tous les effets négatifs possibles sur le environnement et sur la santé, et encourage la réutilisation et le recyclage des matériaux dont l'appareil est constitué.
La disposition non autorisée du produit par l'utilisateur comportera le paiement des sanctions administratives en vigueur dans le pays où l'appareil a été mise sur le marché.



info@gibertini.com
Tel. (++39) 023541434

ISO 9001:2008


SIT n. 94

GIBERTINI ELETTRONICA s.r.l.
Via Bellini 37
20026 Novate Mil.se
Milano (Italy)

Tel. (++39) 02 3541434
Fax (++39) 02 3541438
www.gibertini.com
sales@gibertini.com